N° d'Ordre : 59

Année 1975

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON

pour obtenir le

DIPLOME DE DOCTEUR INGÉNIEUR

Mention Mécanique

par

Patrick DELOBELLE
(Ingénieur INSA - Lyon)

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES A HAUTE TEMPÉRATURE DE L'EUTECTIQUE AL-SI ET DU LAITON "β" INTERPRÉTATIONS EN TERME DE CONTRAINTE EFFECTIVE

Soutenue le 4 Juin 1975, devant la Commission d'Examen

MM. R. CHALEAT, Professeur — Président

J. DE FOUQUET, Professeur
P.F. GOBIN, Professeur
R. POTIER, Professeur
C. OYTANA, Maître-Assistant
} Examinateurs

N° d'Ordre : 59

Année 1975

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

DE L'UNIVERSITÉ DE BESANÇON

pour obtenir le

DIPLOME DE DOCTEUR INGÉNIEUR

Mention Mécanique

par

Patrick DELOBELLE
(Ingénieur INSA - Lyon)

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES A HAUTE TEMPÉRATURE DE L'EUTECTIQUE AL-SI ET DU LAITON "β" INTERPRÉTATIONS EN TERME DE CONTRAINTE EFFECTIVE

Soutenue le 4 Juin 1975, devant la Commission d'Examen

MM. R. CHALEAT, Professeur — Président

J. DE FOUQUET, Professeur
P.F. GOBIN, Professeur
R. POTIER, Professeur
C. OYTANA, Maître-Assistant
} Examinateurs

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE DE BESANÇON

Président : Monsieur THIEBAUT Jean

FACULTE DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

DOYEN

Mr BERNARD Jean : Chimie-Physique
Professeur

ASSESSEUR

Mr PARIZET Jean : Mathématiques
Professeur

PROFESSEURS

Mrs CHATELET François : Mathématiques
MESNAGE Pierre : Chronométrie
PERROT Roger : Chimie Générale
PLUVINAGE Philippe : Physique Théorique
QUANTIN André : Pédologie
CHALEAT Raymond : Mécanique Appliquée
RIPPLINGER Jean : Physiologie animale
GREIMILLARD Jean : Mathématiques
VIENOT Jean-Charles : Physique Gle Optique
THIEBAUT Jean : Pétrographie-Minéralogie
GOMOT Lucien : Zoologie et Embryologie
BENNETON Gaston : Mathématiques
GALATRY Louis : Physique Moléculaire
THEOBALD Jean-Gerard : Spectroscopie Hertz
CERUTTI Ernest : Chimie Appliquée
DEVIN Claude : Chimie 1er cycle
CAPODANNO Pierre : Mécanique Théorique
BANTEGNIE Robert : Mathématiques
ROBERT Daniel : Physique Moléculaire
ROBERT Jacques : Mathématiques I
CHAUVE Pierre : Géologie-Minéralogie
RANGHEARD Yves : Géologie

PROFESSEURS SANS CHAIRE

Mrs POTIER Robert : Physique des Solides
REAL Pierre : Ecologie animale
GOUARNE René : Mathématiques
MERIGOUX Henri : Cristallographie et Synthèses minérales
OLIVIER Marcel : Electronique Quantique
MONTAGNER Hubert : Psychophysiologie
BULABOIS Jean : Physique Gle-Optique
GAUDEMER Yves : Biochimie
LAUDE Bernard : Chimie Organique
MIELLOU Jean-Claude : Analyse Numérique
ROBERT Guy : Electrochimie

DOYENS HONORAIRES

Mrs GLANGEAUD, JACQUEMAIN, CHATELET, THIEBAUT

PROFESSEURS HONORAIRES

Mrs BAILLAUD, DUFFIEUX, THIRY, TRILLAT, UEBERSFELD, VINCENSINI, DREYFUSS, TRONCHET, THEOBALD N.

MAITRE DE CONFERENCES HONORAIRE

Mr GRANIER

MAITRES DE CONFERENCES

Mrs BIDAULT Michel : Taxono. Exp.
DUBOUCHET Jacques : Botanique
MARLE Charles : Mathématiques
WEIL Michel : Mathématiques
HAYLI Avram : Astronomie
BROQUET Paul : Géologie
GRAS Georges : Mathématiques
TREHEL Michel : Informatique

CHARGE D'ENSEIGNEMENT

Mr MILLET Bernard

RESPONSABLE DES SERVICES ADMINISTRATIFS

Mr RUNGE Jean-Marie

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546611_0020

Cette étude a été effectuée au Laboratoire de Mécanique Appliquée, associé au C.N.R.S., de la Faculté des Sciences de Besançon.

Je tiens à exprimer ma gratitude à :

- Monsieur le Professeur R. CHALEAT, Directeur du Laboratoire, pour le soutien qu'il m'a toujours offert,

- Messieurs les Professeurs J. DE FOUQUET, P.F. GOBIN et R. POTIER, qui m'ont fait l'honneur de participer au jury,

- Tous les membres du Laboratoire, et particulièrement ceux qui travaillent dans le domaine de la rhéologie, MM. C. OYTANA, A. MERMET, P. DRUOT...

- Monsieur G. LAITHIER, technicien, pour sa collaboration dans le domaine des réalisations expérimentales,

- Madame BESSON qui a su mener à bien la dactylographie de ce texte.

-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

TABLE DES MATIERES

Pages

INTRODUCTION 1

CHAPITRE I - RAPPELS SUR LE FLUAGE 3

I - 1 RAPPELS CONCERNANT LE FLUAGE 4

I - 1 1 Définition du fluage 4

I - 1 2 Fluage type 4

a) le fluage logarithmique 5

b) le fluage restauration 5

I - 1 3 Equation générale du fluage 6

I - 1 4 Le fluage, phénomène thermiquement activé 7

I - 1 5 Dépendance de la vitesse de fluage stationnaire avec la contrainte, suivant les différents processus physiques mis en jeu 8

I - 1 6 Théorie du fluage-restauration et du fluage visqueux 10

a) fluage de Weertman 10

b) fluage de Nix-Barrett 11

c) fluage contrôlé par le glissement des dislocations 12

I - 1 7 Remarque 14

Pages

I - 2 ETUDE DE LA DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS DANS LE FLUAGE HAUTE TEMPERATURE 15

I - 2 1 Mouvement des dislocations 15

I - 2 2 Vitesse macroscopique de déformation 18

a) fluage contrôlé par le glissement 18

b) fluage contrôlé par la restauration 20

I - 2 3 Equations d'états et définition des paramètres expérimentaux vue sous l'angle de la thermodynamique classique 20

I - 3 LA SUPERPLASTICITE 23

CHAPITRE II - APPAREILLAGE 26

INTRODUCTION 27

II - 1 LE LIT FLUIDISE 28

II - 1 1 Principe 28

II - 1 2 Description du lit fluidisé 28

a) réalisation 28

b) alimentation et régulation 28

II - 2 LA MACHINE DE FLUAGE 30

II 2 1 Réalisation de la contrainte constante 30

II 2 2 Réalisation mécanique de l'ensemble 32

II 2 3 Electronique associée 35

II - 3 PERFORMANCES DE L'ENSEMBLE 36

II - 4 APPAREILLAGE UTILISE DANS LE PRESENT TRAVAIL 37

II - 4 1 La machine de fluage 37

II - 4 2 La machine de traction 37

II - 4 3 Les éprouvettes 39

Pages

CHAPITRE III : ETUDE DE L'EUTECTIQUE (AL 11,6 % SI) 40

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

III - 1 ESSAIS PRELIMINAIRES 42

III - 1 1 Le diagramme d'équilibre 42

III - 1 2 Les échantillons : a) composition exacte et condition de filage 43

b) dureté, microdureté et observations métallographiques 43

III - 1 3 Propriétés mécaniques 45

a) traction ; comparaison des résultats obtenus avec ceux de la littérature 45

b) mesure et variation du module de Young avec la température 46

III - 2 ESSAIS DE FLUAGE 48

III - 2 1 Aspect des courbes 48

III - 2 2 Equation analytique des courbes 49

III - 2 3 Influence des divers paramètres sur la vitesse de fluage stationnaire ; $\dot{\xi}_S = f(\sigma, T, S)$ 50

a) influence de la contrainte appliquée, σ, ; 50

b) influence de la température, T 52

c) influence des traitements thermo mécaniques 53

d) interprétation 54

III - 2 4 Mesures et variations des contraintes internes et effectives 56

a) principe 56

b) appareillage 58

Pages

c) détermination des contraintes effectives et internes 59
d) évolution de la contrainte interne durant le fluage 60
e) dépendance avec la température et la contrainte appliquée 61
f) calcul de la contrainte interne maximum 62

III - 2 5 Dépendance de la vitesse stationnaire avec les contraintes effective, interne et la température ; 64

a) dépendance avec les deux composantes de la contrainte appliquée 64
b) dépendance avec la température 65

III - 2 6 Détermination et mesure des paramètres du fluage transitoire 66
a) détermination 66
b) résultats obtenus 67

III - 2 7 Interprétation 69

III - 3 ETUDE EN RELAXATION 75
a) mode dépouillement 75
b) résultats 76
c) existence d'un seuil d'écoulement "σ_o" 76
d) identification de ce seuil à la contrainte interne déterminée par la méthode du fluage nul 77

III - 4 LA RUPTURE 80
a) ductilité et faciès de rupture 80
b) temps mis pour la rupture 81

III - 5 CONCLUSIONS 82

Pages

CHAPITRE IV - ETUDE DU LAITON β (UZ 48) AU VOISINAGE DE LA TRANSFORMATION ORDRE-DESORDRE. 83

IV - 1 INTRODUCTION 84

IV - 2 GENERALITES SUR LA STRUCTURE DES LAITONS "β" ET DE SON INFLUENCE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES 85

a) la transformation ordre-désordre 85

b) influence de la transformation ordre-désordre sur les propriétés mécanique du laiton β 87

c) bilan des résultats existants sur le fluage du laiton β 88

IV - 3 RESULTATS DES ESSAIS DE FLUAGE 90

IV - 3 1 Aspect des courbes 90

IV - 3 2 Influence des divers paramètres sur le fluage stationnaire 91

a) influence de la contrainte 91

b) influence de la température 91

IV - 3 3 Variations des contraintes internes et effectives 93

IV - 3 4 Dépendance de la vitesse stationnaire avec les composantes de la contrainte appliquée et la température 94

a) dépendance avec les composantes de la contrainte appliquée 94

b) dépendance avec la température 96

c) interprétation 97

IV - 4 ESSAIS DE RELAXATION 102

IV - 5 CONCLUSIONS 104

CONCLUSIONS GENERALES 106

INTRODUCTION

L'étude qui suit a été conduite, au départ, dans le cadre de recherches entreprises depuis plusieurs années au Laboratoire de Mécanique Appliquée, sur le comportement rhéologique des matériaux superplastiques. L'état superplastique est caractérisé par une grande ductilité permettant des allongements très importants sous faible contrainte et par une forte sensibilité du matériau à la vitesse de fluage.

L'eutectoïde zinc-aluminium et les laitons $\alpha + \beta$, β et $\beta + \gamma$ ont été largement étudiés au laboratoire. Dans le présent travail nous étudions en détails l'eutectique Aluminium-Silicium, et nous revenons ensuite sur le comportement des laitons β.

Les essais mécaniques permettant d'étudier de tels matériaux sont divers :

. essais de traction à vitesse constante,
. essais de traction avec sauts de vitesse,
. essais de compression à vitesse de déformation rationnelle constante,
. essais de traction à vitesse de déformation rationnelle constante,
. essais de fluage à contrainte constante,
. essais de relaxation de contrainte.

Dans cette étude nous utilisons les deux derniers types d'essais qui sont les mieux adaptés à l'étude de ces matériaux avec les essais de traction à vitesse de déformation rationnelle imposée. Le dernier type d'essais a été très peu utilisé mais se trouve être souvent d'un précieux secours pour compléter les essais de fluage.

Dans le premier chapitre, nous exposons des rappels sur le fluage nécessaires pour la compréhension des chapitres ultérieurs, nous développons ensuite un paragraphe important sur l'étude de la dynamique des dislocations à haute température, en terme de contraintes effective et interne, et de son intérêt pour l'étude des mécanismes de fluage à haute température. Nous terminons par quelques mots sur la superplasticité.

Le deuxième chapitre concerne la conception, la description et la réalisation d'une machine de fluage adaptée à un lit fluidisé.

Le troisième chapitre est consacré à l'exposé des résultats caractéristiques obtenus sur l'Al-Si en fluage et en relaxation ainsi que de leur interprétation en terme de dynamique des dislocations ; cinétique de glissement et de montée. Le comportement faiblement superplastique est confirmé.

Dans le quatrième chapitre nous étudions le comportement des laitons β autour de la transformation ordre-désordre en fluage et relaxation. Un saut important de la contrainte interne est mis en évidence lors de la transformation. L'interprétation est faite comme précédemment en terme de dynamique des dislocations.

Nous concluons en montrant que pour analyser d'une façon complète les essais de fluage, il est nécessaire de regarder attentivement l'ordre de grandeur et l'évolution de la contrainte effective et interne avec la température et la contrainte externe.

Remarque : Les contraintes mises en jeu ne dépassent guère $10^8 N/m^2$ soit $10\ kg/mm^2$. Pour éviter de surcharger avec des puissances de 10, nous exprimons donc les contraintes en kg/mm^2.

C H A P I T R E I

RAPPELS : LE FLUAGE.

I.1 - RAPPELS CONCERNANT LE FLUAGE

I.1.1 - DEFINITION DU FLUAGE [1][2][3]

- Si on applique une charge statique de traction a un solide, le réseau atomique s'arrange à nouveau à l'échelle microscopique de façon à s'opposer à la force appliquée et à maintenir l'équilibre. A l'échelle macroscopique cet arrangement se traduit par une déformation : l'essai de fluage se résume à la mesure de la déformation en fonction du temps $\varepsilon(t)$ d'un échantillon soumis à une contrainte constante. On observe une déformation élastique ε_o et une déformation plastique.

I.1.2 - FLUAGE TYPE [1][2][3]

Suivant la valeur du rapport $\frac{T}{T_f}$ (T_f étant la température de fusion du matériau considéré) et du domaine de contrainte auxquels on travaille, on rencontre différents types de courbes de fluage (figure 1).

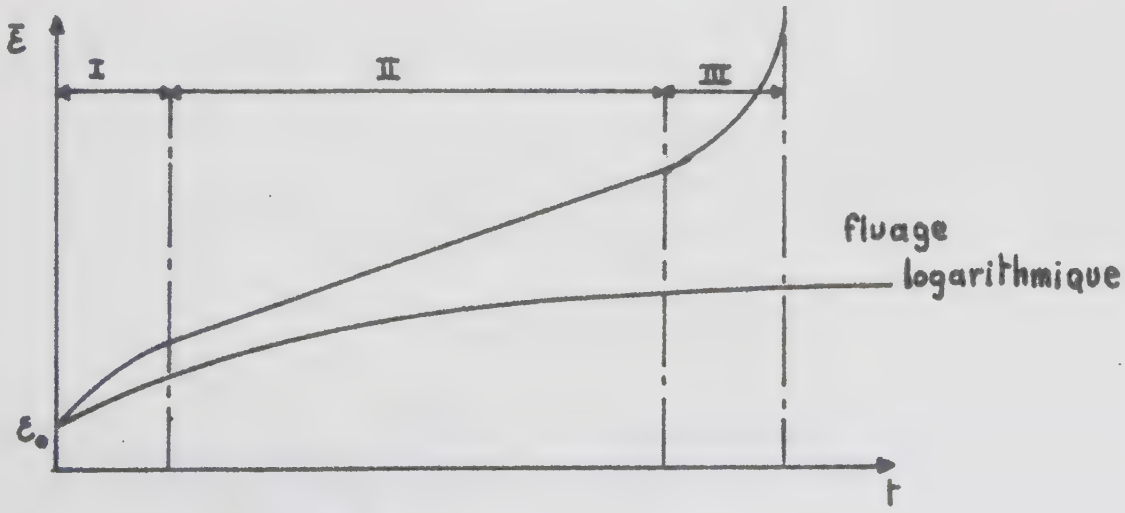


FIG : 1

fluage type

a) Le fluage logarithmique

Il s'observe pour $\frac{T}{T_F}$ faible et généralement à faible contrainte. L'équation macroscopique de la déformation en fonction du temps est de la forme

$$\varepsilon = \alpha L_n t + \varepsilon_o \qquad (1)$$

α et ε_o sont des constantes indépendantes du temps t.

La vitesse de fluage peut s'écrire $\varepsilon^o = \frac{\alpha}{t}$ et décroît continûment avec le temps.

b) Le fluage restauration (figure 1)

Il existe en général pour un rapport $\frac{T}{T_F} \geqslant 0,3$ et quelle que soit la contrainte pour les métaux purs.

La courbe caractéristique présente trois zones distinctes après la déformation élastique instantanée ε_o, lors de la mise en charge.

- Zone I : fluage primaire ou β, dit parabolique dont l'équation est du type :

$$\varepsilon = \varepsilon_o + \beta t^{\alpha} \qquad (2)$$

β et α sont des constantes indépendantes du temps.

La vitesse décroît continûment avec le temps jusqu'à ce qu'elle atteigne la zone II. Cette décroissance est la manifestation de la consolidation par écrouissage du matériau.

Il arrive parfois que ce domaine soit inexistant.

- Zone II : fluage secondaire X, ou stationnaire. La vitesse $\frac{d\varepsilon}{dt}$ reste constante et la loi est de la forme :

$$\varepsilon = Xt + C \qquad (3)$$

Durant la période stationnaire, la structure d'écrouissage développée pendant la phase précédente se perfectionne progressivement et tend vers une configuration stable.

- Zone III : fluage tertiaire r, ou accéléré. Cette région de la courbe est associée à l'apparition d'une striction locale et à l'apparition du phénomène de cavitation intergranulaire. L'augmentation de la vitesse est donc due à une augmentation de la contrainte provoquée par la striction ou la présence de cavités.

Les équations précédentes $\varepsilon = f(t)$ sont empiriques et ne reflètent pas l'existence de processus microscopiques au sein du matériau. Seule la vitesse de déformation est fonction des paramètres : température, structure, contrainte etc..., affectant les processus microscopiques, donc seule une équation macroscopique dérivant d'une étude physique de processus élémentaires microscopiques pourra décrire convenablement le fluage.

I.1.3 - EQUATION GENERALE DU FLUAGE

Une approche analytique moyennant des hypothèses microscopiques a été faite par Li puis par Gibbs [4] et conduit à une relation générale pour la vitesse de fluage $\dot{\varepsilon}$ et donc après intégration pour la loi $\varepsilon = f(t)$.

A partir de cette équation générale on peut retrouver les équations (1), (2), (3), suivant le domaine de température et de contrainte. En effet en partant de la loi bien connue d'Orowan :

$$\varepsilon^{\circ} = \psi \, b \, \rho_m \, v_g \qquad (4)$$

ψ facteur géométrique

b vecteur de Burgers

ρ_m densité de dislocations mobiles

v_g vitesse moyenne des dislocations.

et en faisant des hypothèses telles que celles de Johnston-Gilman [5] sur la cinétique de variation de la densité de dislocations mobiles $\left|\frac{d\rho}{dt} = \alpha\rho - \beta\rho^2\right|$ ainsi qu'en explicitant le terme vitesse des dislocations, il est possible d'arriver à une expression de la vitesse en fonction du temps.

1.1.4 - LE FLUAGE, PHENOMENE THERMIQUEMENT ACTIVE [1] [3] [6]

Le fluage est un processus thermiquement activé dans lequel la vitesse pour le $i^{ème}$ processus est de la forme :

$$\dot{\varepsilon}^{\circ}_{i} = f_i(\sigma,T,s) \exp - \left|\frac{\Delta H_i(\sigma,T,s)}{kT}\right| \qquad (5)$$

avec k constante de Boltzmann, f_i facteur de fréquence et ΔH_i énergie d'activation du processus. Ces deux dernières grandeurs dépendent de nombreux paramètres tels que la contrainte (σ), la température (T) et la structure (s). Si deux ou plusieurs mécanismes opèrent dans certaines conditions expérimentales, ils peuvent agir d'une manière séquentielle ou non.

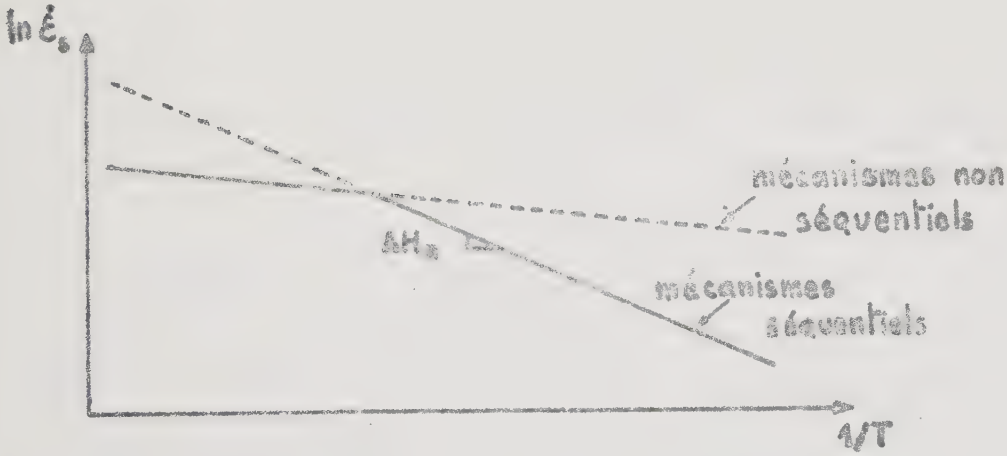


FIG : 2

Evolution des mécanismes

S'ils agissent d'une manière séquentielle, le $i^{ème}$ processus se produit après que le $(i-1)^{ème}$ ait eu lieu, ainsi la vitesse de fluage est commandée par le plus lent des processus. Les mécanismes ayant en général

des énergies d'activation différentes, on observe dans l'énergie d'activation apparente mesurée, une variation depuis la plus haute valeur vers la plus basse quand la température croit (fig.2). Comme nous le verrons ultérieurement, ceci n'est valable que si l'énergie d'activation apparente a une signification physique ce qui n'est pas toujours le cas.

S'ils agissent non séquentiellement, chacun des processus se produit en même temps et la vitesse de fluage observée est la somme des vitesses de chacun des processus. La vitesse totale est donnée par

$$\varepsilon^{\circ}_{t} = \sum_{i} f_{i}(\sigma,T,S) \exp - \left|\frac{\Delta H_{i}(\sigma,T,S)}{kT}\right| \qquad (6)$$

L'énergie d'activation apparente croit avec la température (fig. 2).

1.1.5 - DEPENDANCE DE LA VITESSE DE FLUAGE STATIONNAIRE AVEC LA CONTRAINTE, SUIVANT LES DIFFERENTS PROCESSUS PHYSIQUES MIS EN JEU

En accord avec de nombreux auteurs (3), (6), (7), on peut dire que la majorité des mécanismes opère d'une manière non séquentielle et que leur influence respective sur la vitesse de fluage stationnaire dépend du domaine de contrainte et de température où se situe l'étude (fig.3). Les facteurs de stru

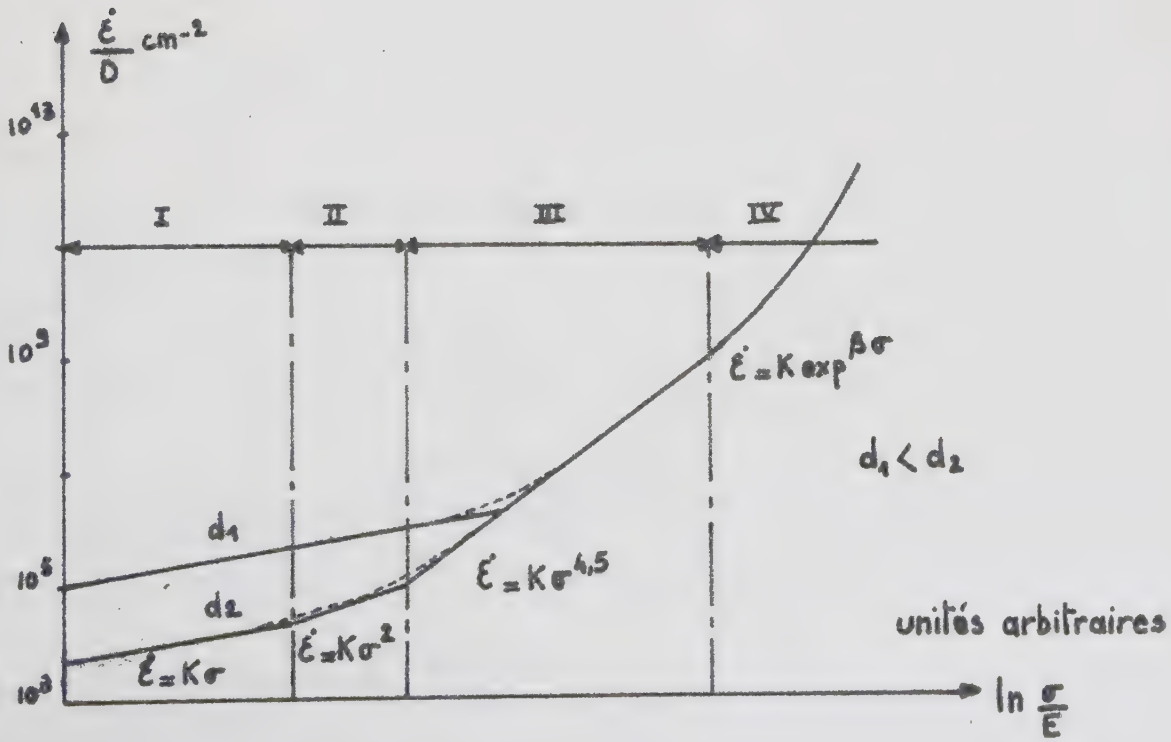


FIG :3

ture, entre autre la grosseur des sous grains formés comparée à celle des grains, ainsi que leur orientation, ont une grande importance (fig.3).

On peut donc écrire la vitesse totale de fluage ε°_t selon l'équation (6) ;

$$\varepsilon^\circ_t = \varepsilon^\circ_D + \varepsilon^\circ_{DLV} + \varepsilon^\circ_{DLJ} + \varepsilon^\circ_{DLD} + \varepsilon^\circ_{GJ} \qquad (7)$$

avec ε°_D : vitesse due aux mécanismes de dislocation à l'intérieur des grains (fluage type Weertman [8] ou Nix-Barrett [9]),

ε°_{DLV} : vitesse due à la diffusion des lacunes en volume sous l'effet de la contrainte (fluage type Herring-Nabarro [10]),

ε°_{DLJ} et ε°_{DLD} : vitesses dues à la diffusion des lacunes respectivement dans les joints de grains (fluage type Cobble) et par effet de canalisation sur les dislocations [7],

ε°_{GJ} : vitesse due au glissement aux joints de grains [6] [7].

Soit en explicitant chaque terme, selon les auteurs précités :

$$\varepsilon^\circ_t = \left(A_1 \frac{\sigma^2}{G^2 b^2} D_{LV} \operatorname{sh} A_2 \frac{b^{3/2}\sigma^{5/2}}{G^{3/2} kT}\right) \text{ ou } \left(A_3 b^3 \sigma^3 D_{LV} \cdot \operatorname{sh} A_4 \frac{b^2\sigma}{kT}\right) + A_5 \frac{b^3\sigma}{d^2 kT} D_{LV}$$

$$+ \left(A_6 \frac{b^4\sigma}{d^3 kT} D_{LJ}\right) + \left(A_7 \frac{b^3\sigma}{dkT} D_{LD}\right) + \left(A_8 \frac{b^2\sigma^2}{dkT} D_{LV}\right) . \qquad (8)$$

- Les A_i sont des constantes, T, σ, b et k ont leur signification habituelle, G est le module de Coulomb et d le diamètre des grains.

- D_{LV}, D_{LJ} et D_{LD} sont respectivement les coefficients de diffusion des lacunes en volume, dans les joints et sur les dislocations.

- A l'aide de cette équation et suivant l'ordre de grandeur de chaque terme, on retrouve bien les différents domaines de la courbe $l_n \left(\frac{\varepsilon_S^\circ}{D}\right) = f(l_n \frac{\sigma}{E})$ (fig.3) justiciables indépendamment de la relation :

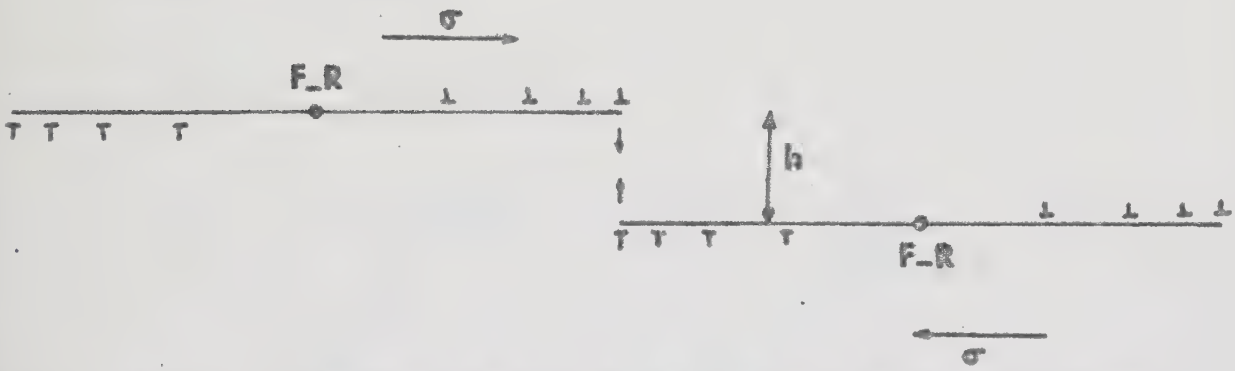
$$\varepsilon^\circ = \alpha d^{-(p+1)} \sigma^m D_L \qquad (9)$$

- Nous nous intéressons, maintenant compte tenu du comportement des alliages étudiés dans la suite du présent travail, aux mécanismes de déformation intragranulaire et particulièrement aux mécanismes relatifs aux dislocations. Dans ce domaine, contrairement au développement précédent, les mécanismes invoqués dans les modèles s'avèrent opérer d'une manière séquentielle.

I.1.6 - THEORIES DU FLUAGE RESTAURATION ET DU FLUAGE VISQUEUX.

Les théories les plus utilisées pour expliquer certains faits expérimentaux dans les métaux purs et alliages dilués sont celles de la montée des dislocations (Weertman 8), du trainage des crans à caractère coin sur les dislocations vis (Nix-Barrett 9), et du micro-fluage (Weertman 11).

a) fluage de Weertman 8 (fig.4).



a) blocage de deux empilements formés de dislocations de signes opposés

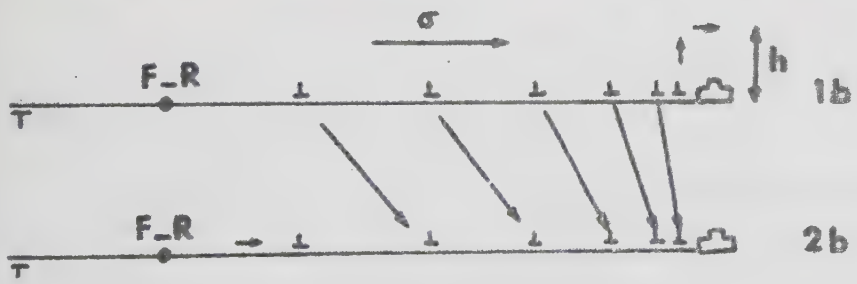


FIG:4

b) Passage d'un obstacle tel qu'une barrière de Lomer_Cottrell

On considère des empilements de dislocations coins, en provenance d'une même source, bloqués sur des obstacles (barrières de Lomer-Cottrell,

phases dispersées, joints de grains, empilements dans des plans proches etc...) si une dislocation de tête monte, les autres dislocations de l'empilement glissent vers l'obstacle et la diminution de la contrainte en retour qui en résulte, permet la création d'une nouvelle dislocation.

La déformation plastique se fait par glissement et montée des dislocations, ces deux processus sont donc séquentiels et la vitesse macroscopique est controlée par le plus lent des deux. Weertman [8] suppose que le plus lent est la montée gouvernée par l'auto-diffusion et aboutit après un calcul assez long, au premier terme de l'équation (8).

Pour les contraintes faibles, l'expression se réduit à

$$\varepsilon^{\circ}_{S} = A \frac{\sigma^{9/2}}{G^{7/2} b^{1/2} kT} D_{LV} \qquad (10)$$

et se vérifie assez bien pour les métaux purs avec $4 < m < 5$ près de T_F.

b) Fluage de Nix-Barrett [9] (fig.5)

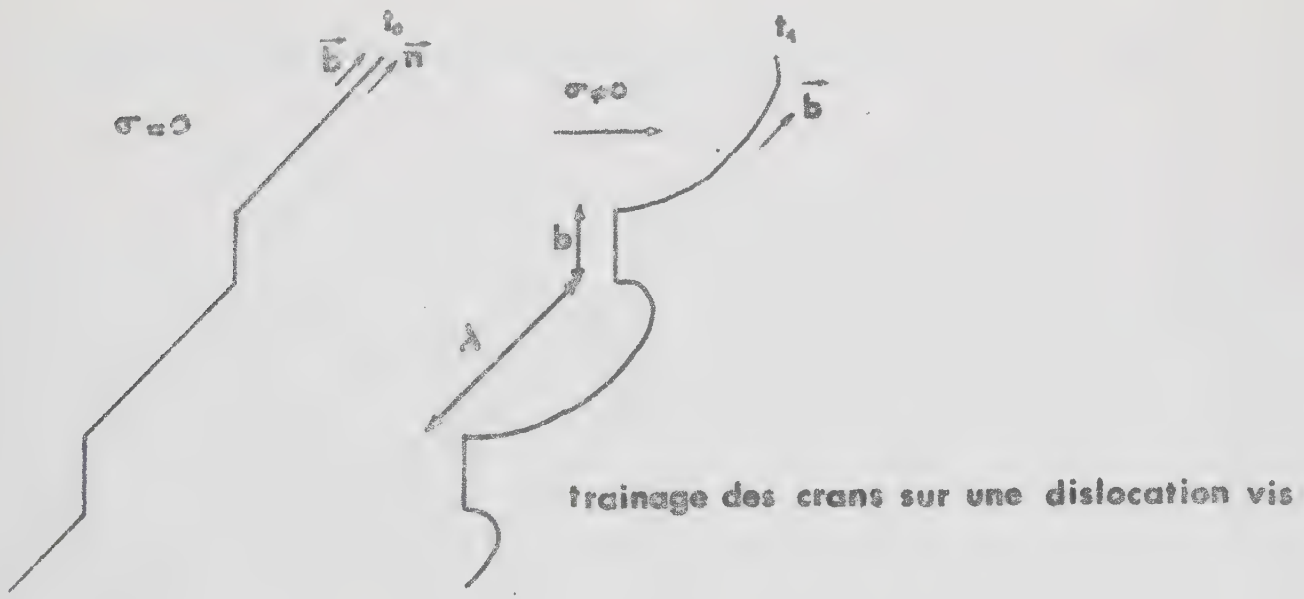


FIG:5

Lorsqu'un cran à caractère coin se trouve sur une dislocation vis, il ne peut se mouvoir avec celle-ci que par un mouvement non conservatif, c'est-à-dire par émission ou absorption de lacunes sous l'action de la force extérieur

Il se créé au voisinage du cran une sur ou sous-saturation en lacunes créant une force chimique qui s'oppose à son mouvement ainsi qu'à celui de la dislocation vis. L'état de vitesse stationnaire est le résultat de l'équilibre entre la force chimique et la force élastique s'exerçant sur la dislocation vis de part et d'autre du cran. La vitesse de fluage est conditionnée par la vitesse de montée des crans, c'est-à-dire par la diffusion des lacunes supposée en volume.

Le calcul aboutit à l'équation suivante :

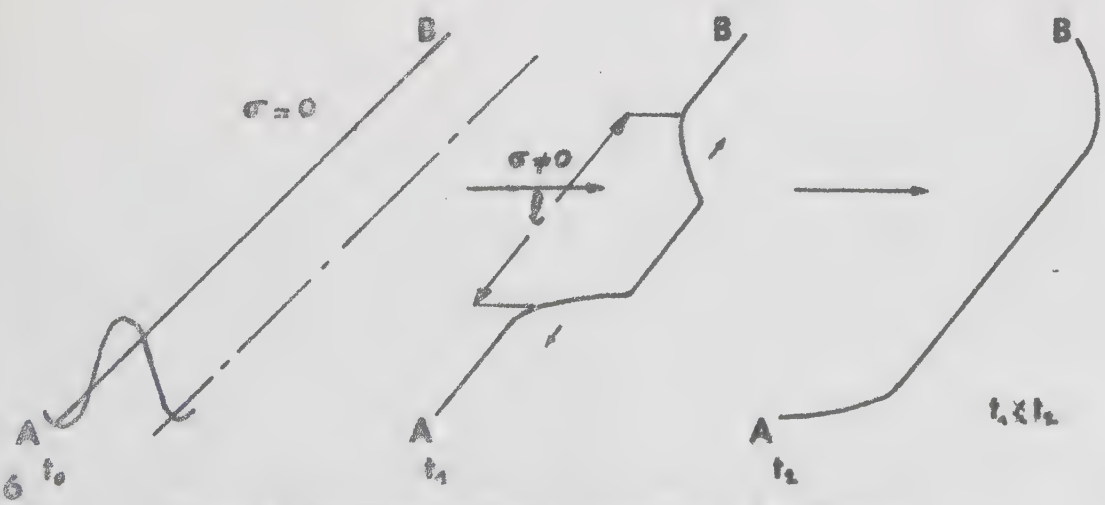
$$\varepsilon^{\circ}_{S} = 4\,\pi\,\rho_m\,D_{LV}\,\mathrm{sh}\,\frac{\sigma b^2 \lambda}{kT} \qquad (11)$$

or expérimentalement la densité de dislocations vis mobiles ρ_m est de la forme

$$\rho_m = \alpha\,\sigma^n \qquad (12) \qquad \text{donc} \qquad \varepsilon^{\circ}_{S} = A\,\sigma^n\,\mathrm{sh}\,\frac{B\sigma}{kT} \qquad (13)$$

Pour n = 3,5 et pour les faibles contraintes on retrouve la loi précédente de Weertman, ce qui est fortuit puisque les deux lois reposent sur des hypothèses différentes (expérimentalement la valeur de 3,5 est trop élevée).

c) <u>Fluage contrôlé par le glissement des dislocations</u> : Weertman [11] (fig.6).



10:6 franchissement d'une barrière de Peierls

Deux modèles ont été développés par Weertman pour les solutions solides, dans lesquels la montée des dislocations est si rapide que la vitesse de fluage stationnaire est contrôlée par le glissement des boucles. Les mécanismes pouvant limiter la vitesse des boucles sont le franchissement des barrières de Peierls et le microfluage dû à la présence d'atomes étrangers dans le métal.

- Dans le premier cas, les collines de Peierls sont élevées et la ligne de dislocation ne peut les franchir que par la formation d'un double décrochement dont la largeur s'amplifie ensuite sous l'action des forces extérieures [12] (fig.6). Ce modèle peut s'appliquer pour les métaux compacts (Zn [11], Zr [3]...) et les structures covalentes.

Le calcul mène à une vitesse de fluage stationnaire :

$$\varepsilon^{\circ}_{S} = A\ \sigma^{2,5}\ \exp - \frac{\Delta H_K}{kT} . \exp \frac{\pi\sigma Q}{2\sigma_p kT} \qquad (14)$$

σ_p est la contrainte de Peierls

ΔH_k est l'énergie de formation d'un double décrochement,

qui se traduit aux faibles contraintes à :

$$\varepsilon^{\circ}_{S} = A\ \sigma^{2,5}\ \exp - \frac{\Delta H_K}{kT} \qquad (15)$$

- Dans le second cas, l'interaction impuretés-dislocations est supposée forte et la mobilité des atomes étrangers conditionne le mouvement visqueux des dislocations. La théorie du microfluage aboutit à une vitesse du type :

$$\varepsilon^{\circ}_{S} = \alpha\ \frac{\sigma^3\ b^2}{G\ A} \qquad (16)$$

où A est une constante dépendant du type d'interaction considéré : élastique, électrostatique, chimique, etc...

I.1.7 - REMARQUE :

Dans les modèles exposés précédemment, la seule force directrice considérée pour l'un quelconque des processus est la contrainte extérieure. Or, il s'avère qu'une dislocation en mouvement est soumise à des composantes autres que la contrainte externe et par conséquent une étude de la dynamique des dislocations tenant compte de ces composantes, accessibles par l'expérience, doit mener à des résultats plus complets. Le résumé de cette étude est le but du paragraphe suivant.

1.2 - ETUDE DE LA DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS DANS LE FLUAGE HAUTE TEMPERATURE.

1.2.1 - MOUVEMENT DES DISLOCATIONS .

- Une dislocation isolée glissant dans un cristal rencontre différents obstacles qu'elle peut franchir par l'action combinée de l'agitation thermique et de la contrainte. Principalement par l'effet de l'agitation thermique, celle-ci passe d'une configuration stable Z à la configuration stable voisine Z', et vice-versa, en passant par un maximum d'énergie potentielle (fig.7a). Durant cette transition, deux contraintes agissent sur la dislocation ; la contrainte appliquée σ, et la contrainte interne $\sigma'_i(r)$ provenant de l'intéraction, entre la dislocation considérée et les autres dislocations présentes dans le cristal (fig.7b). Celle-ci est essentiellement fonction de sa position r dans le cristal. On définit donc la contrainte effective $\sigma^*(r)$ comme la contrainte agissant effectivement sur la dislocation et fournissant du travail lors de son mouvement.

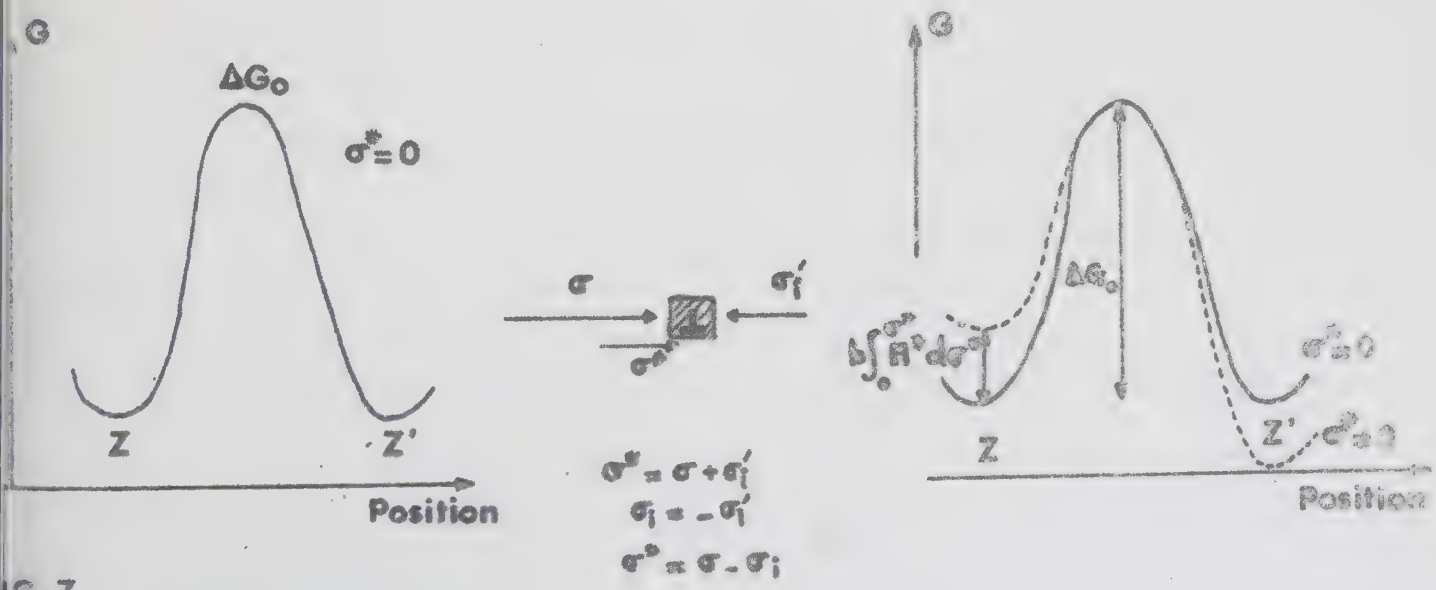


FIG.7

7a 7b 7c

- Ainsi, on divise la contrainte externe en deux composantes, d'une part la contrainte effective $\sigma^*(r)$ et d'autre part la contrainte interne $\sigma_i(r) = -\sigma'_i(r)$ compensant l'effet d'obstacle créé par l'ensemble des dislocations qui s'oppose au glissement de la dislocation considérée. On aboutit à :

$$\sigma = \sigma^*(r) + \sigma_i(r) \qquad (17)$$

Expérimentalement on n'accède qu'à des valeurs moyennes de ces composantes (σ^* et σ_i) et l'équation (17) est fréquemment écrite sous la forme :

$$\sigma = \sigma^* + \sigma_i \qquad (18)$$

La dislocation glisse dans le sens de la contrainte appliquée si $\sigma > \sigma_i$, mais si à un instant donné $\sigma < \sigma_i$, elle ira dans une direction opposée à celle de la contrainte.

- La vitesse de glissement d'une dislocation s'exprime par la relation :

$$v = v_o\ (\sigma^*, T)\ \exp - \frac{\Delta G(\sigma^*, T)}{kT} \qquad (19)$$

[5] [13] [14] [15] , ΔG étant l'énergie libre de Gibbs et v_o la vitesse maximum qu'une dislocation peut atteindre, c'est-à-dire la vitesse des ondes transversales dans le cristal ($v \propto \sqrt{\frac{G}{\rho}}$). En première approximation, le facteur v_o est généralement considéré comme constant.

L'énergie libre ΔG peut se décomposer en deux composantes, l'une indépendante et l'autre dépendante de la contrainte effective [14]. En effet, les grandeurs locales telles que la contrainte interne et la géométrie de la barrière sont reliées entre elles par la relation $\Delta G_o = b \int_{A_1}^{A_2} \sigma'_i\, dA$ (20)

pour une contrainte effective nulle (fig.8). Sous l'action de la contrainte effective, l'énergie pour franchir l'obstacle se réduit à :

$$\Delta G = b \int_{a}^{a'} \sigma'_i \, dA \quad . \qquad (21)$$

On peut associer à chaque valeur de la contrainte effective, une valeur de (a-a') représentant l'aire d'activation A^* (par exemple l'aire balayée par une dislocation durant l'activation du phénomène) et obtenir la courbe $A^* = f(\sigma^*)$ (fig.8c). De ce fait,

$$\Delta G = b \int_{\sigma^*}^{\sigma^*_{Max}} A^* \, d\sigma^* = \Delta G_o - b \int_{o}^{\sigma^*} A^* \, d\sigma^* \qquad (22)$$

ΔG_o est l'énergie libre d'activation pour $\sigma^* = 0$ et A^* l'aire d'activation définie d'après les équations (22) et (19) par :

$$A^* = - \frac{1}{b} \left(\frac{\partial \, \Delta G}{\partial \sigma^*}\right)_T = + \frac{kT}{b} \left(\frac{\partial \ln v}{\partial \sigma^*}\right)_T \qquad (23)$$

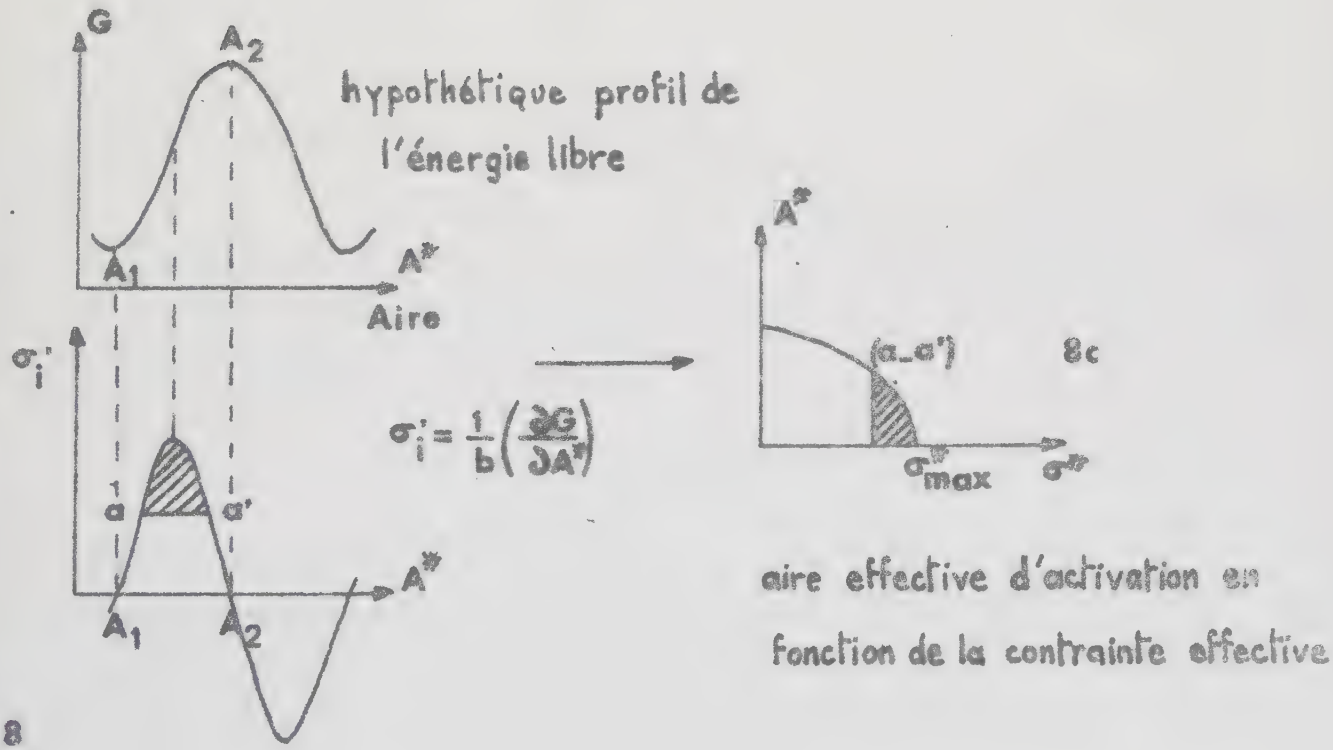


FIG.8

En tenant compte du fait que la dislocation peut revenir en arrière sous l'action de l'agitation thermique, moyennant un saut d'énergie supplémentaire de $b \int_{o}^{\sigma^*} A^* d\sigma^*$ (fig.7c), on trouve que la vitesse d'une dislocation est donnée par :

$$v = 2v_o \exp - \frac{\Delta G_o}{kT} \operatorname{sh} \frac{b}{kT} \int_o^{\sigma^*} A^* \, d\sigma^* \qquad (24)$$

I.2.2 - VITESSE MACROSCOPIQUE DE DEFORMATION.

A l'aide de la relation d'Orowan il est possible de remonter à la vitesse de déformation macroscopique, moyennant de gros problèmes statistiques [15]. En effet, la vitesse macroscopique est la somme, sur toutes les dislocations, des produits :

$$\psi_i b_i l_i v_i \text{ menant à } \varepsilon^\circ = \frac{1}{V} \sum_i \psi_i b_i l_i v_i \qquad (25)$$

V : volume du cristal
ψ_i : facteur de Schmid
b_i : vecteur de Burgers
l_i : longueur
v_i : vitesse

} de la $i^{ème}$ dislocation

a) <u>Fluage contrôlé par le glissement</u> :

La relation (25) est communément approximée par $\varepsilon^\circ = \psi \rho_m b v_g$ (4) où tous les facteurs sont les grandeurs moyennes des paramètres. L'étude thermodynamique phénoménologique ne nécessite pas la connaissance des valeurs moyennes et l'on admet que $v_g = v$.

- En combinant les équations (4) et (24) et sachant que

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \qquad (25)$$

(ΔH et ΔS étant respectivement l'enthalpie et l'entropie d'activation du phénomène), on aboutit à l'équation phénoménologique très importante :

$$\varepsilon^\circ = 2 \psi b v_o \rho_m \exp \frac{\Delta S_o}{k} \exp - \frac{\Delta H_o}{kT} \operatorname{sh} \frac{\bar{A}^* b \sigma^*}{kT} \qquad (26)$$

où ΔH_o est l'enthalpie d'activation pour $\sigma^* = 0$ et $\bar{A}^*$ l'aire moyenne d'activation définie par :

$$\bar{A}^* = \frac{1}{\sigma^*} \int_o^{\sigma^*} A^* \, d\sigma^* \qquad (27)$$

Expérimentalement on peut déterminer A^* en utilisant l'équation (23) ; une dépendance hyperbolique avec la contrainte effective est souvent citée [14] [16] :

$$A^* = \frac{a}{\sigma^*} \quad . \tag{28}$$

Si l'on néglige le mouvement inverse des dislocations, ce qui est normal à fortes et moyennes contraintes ($\text{sh}\,\frac{\bar{A}^* b\sigma^*}{kT} \simeq \exp\frac{\bar{A}^* b\sigma^*}{kT}$) et si l'on suppose que l'aire d'activation est finie à très faibles contraintes, ce qui est physiquement le cas, l'intégration de l'équation (27) en tenant compte de (28) est possible et donne une valeur finie [16]. Le report de cette valeur dans (26) conduit à la relation :

$$\varepsilon^\circ = \varepsilon^\circ_o\, \rho_m \exp - \frac{\Delta H_o}{kT}\, \sigma^* m^*_v \quad . \tag{29}$$

$$\text{avec } m^*_v = \frac{ab}{kT} = \frac{A^* b}{kT}\, \sigma^* \quad . \tag{30}$$

De cette manière on peut expliquer d'une façon physique la loi expérimentale $\varepsilon^\circ = B\, \sigma^{*\, m^*}$ (31)

et donner un sens à l'exposant m^* : en tenant compte de la variation de la densité de dislocations mobiles ρ_m, avec la contrainte effective, les exposants des équations (29) et (31) sont reliés par l'expression :

$$m^* = m^*_v + m^*_\rho \quad \text{où} \quad m^*_\rho = \left(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial \ln \sigma^*}\right)_T \tag{32}$$

On entend par "dislocations mobiles" celles qui contribuent à la déformation, c'est-à-dire une partie seulement de l'ensemble des dislocations libres à l'intérieur des sous-joints, les autres étant liées à celui-ci. L'évaluation de l'ensemble des dislocations mobiles est un des problèmes importants de la plasticité et l'on admet que

$$\frac{\rho_{\text{mob.}}}{\rho_{\text{libres}}} = C^{te} \neq f(\sigma, T) \qquad [17]\,[18]\,[19] \ \ldots$$

b) Fluage contrôlé par la montée :

- Si la vitesse de montée des dislocations v_c, contrôle la vitesse de glissement v, ces deux grandeurs sont reliées par l'équation $v = v_c \frac{L}{h}$ (33)

L étant la distance couverte dans le plan de glissement par une dislocation lorsque celle de tête est montée d'une hauteur h pour s'annihilier. Sachant que la montée est un phénomène activé, c'est-à-dire que :

$$v_c = v_{oc} \exp - \frac{\Delta G_c}{kT} \qquad (34)$$

(ΔG_c : énergie libre de montée), une analyse identique à la précédente peut être faite, à condition de savoir si la restauration est conduite par la contrainte externe [19] [20] [21] [...] ou interne [17] [22] [23]. Cette analyse mène a des relations homogènes à (26). En faisant quelques hypothèses, il est aisé de retrouver l'équation (9) en considérant la contrainte extérieure comme force motrice.

1.2.3 - EQUATIONS D'ETATS DU FLUAGE ET DEFINITION DES PARAMETRES EXPERIMENTAUX VUS SOUS L'ANGLE DE LA THERMODYNAMIQUE CLASSIQUE.

De nombreux paramètres expérimentaux ainsi que les relations qui les lient ont été introduits phénoménologiquement par Nix et coll [17] [22], en partant de l'hypothèse que la contrainte appliquée peut se décomposer en deux équations (18) - Saxl et Kroupa [21] ont montré qu'à partir des équations d'états (35) (les plus générales pour le fluage), il est possible de retrouver toutes les grandeurs définies par les précédents auteurs.

$$f_i(\sigma,\sigma_i,T,\varepsilon^o) = 0, \; f^*(\sigma,\sigma^*,T,\varepsilon^o) = 0, \; f_i^*(\sigma^*,\sigma_i,T,\varepsilon^o) = 0 \qquad (35)$$

Durant le fluage stationnaire, les différentes composantes sont constantes dans le temps, et fonction aussi bien de la contrainte externe que de la température :

$$\sigma_i = \sigma_i(\sigma,T) \text{ et } \sigma^* = \sigma^*(\sigma,T) \qquad (36)$$

Si $(\frac{\partial\sigma_i}{\partial\sigma})_T$ et $(\frac{\partial\sigma^*}{\partial\sigma})_T$ sont différents de zéro, on peut écrire le système suivant :

$$\begin{aligned} &\sigma = \sigma\ (\sigma_i,T) \quad \sigma_i = \sigma_i(\sigma^*,T) \\ &\sigma = \sigma\ (\sigma^*,T) \quad \sigma^* = \sigma^*(\sigma_i,T) \end{aligned} \qquad (37)$$

et les équations pour le secondaire se réduisent à :

$$f(\sigma,T,\varepsilon^\circ_S)=0 \quad f^*(\sigma^*,T,\varepsilon^\circ_S) = 0 \quad \text{et} \quad f_i(\sigma_i,T,\varepsilon^\circ_S)=0 \qquad (38)$$

ainsi six paramètres accessibles à l'expérience peuvent être définis : les énergies d'activations apparentes Q, Q^*, Q_i et les paramètres de sensibilité des contraintes aux vitesses m, m^*, m_i

$$Q = \left(\frac{\partial \ln\varepsilon^\circ_S}{\partial - \frac{1}{kT}}\right)_\sigma \qquad (39a) \qquad\qquad m = \left(\frac{\partial \ln\varepsilon^\circ_S}{\partial \ln\sigma}\right)_T \qquad (40a)$$

$$Q^* = \left(\frac{\partial \ln\varepsilon^\circ_S}{\partial - \frac{1}{kT}}\right)_{\sigma^*} \qquad (39b) \qquad\qquad m^* = \left(\frac{\partial \ln\varepsilon^\circ_S}{\partial \ln\sigma^*}\right)_T \qquad (40b) \text{ identique à } (32)$$

$$Q_i = \left(\frac{\partial \ln\varepsilon^\circ_S}{\partial - \frac{1}{kT}}\right)_{\sigma_i} \qquad (39c) \qquad\qquad m_i = \left(\frac{\partial \ln\varepsilon^\circ_S}{\partial \ln\sigma_i}\right)_T \qquad (40c)$$

Ces six paramètres sont reliés entre eux par :

$$Q^* = Q - kTm^* \left(\frac{\partial \ln\sigma^*}{\partial \ln T}\right)_\sigma \qquad (41a) \qquad\qquad m = m^* \left(\frac{\partial \ln\sigma^*}{\partial \ln\sigma}\right)_T \qquad (42a)$$

$$Q_i = Q - kT\ m_i \left(\frac{\partial \ln\sigma_i}{\partial \ln T}\right)_\sigma \qquad (41b) \qquad\qquad m = m_i \left(\frac{\partial \ln\sigma_i}{\partial \ln\sigma}\right)_T \qquad (42b)$$

On en déduit que si σ^* et σ_i sont indépendantes de la température, les trois énergies d'activations sont égales et de même que si $\frac{\sigma^*}{\sigma}$ et $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ sont constants, les trois paramètres de sensibilités sont égaux.

- Des équations (42), on montre que :

$$\frac{\sigma}{m} = \frac{\sigma_i}{m_i} + \frac{\sigma^*}{m^*} \qquad (43)$$

- Durant le transitoire les contraintes interne et effective évoluent avec la déformation et seules les équations d'états (35) restent valables. Pour ce domaine on définit deux nouveaux paramètres expérimentaux m'^* et m'_i :

$$m'^* = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_t}{\partial \ln \sigma^*}\right)_{\sigma_i, T} \quad (44a) \text{ et } m'_i = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_t}{\partial \ln \sigma_i}\right)_{\sigma^*, T} \quad (44b)$$

qui caractérisent la dépendance de la vitesse transitoire ε°_t avec la contrainte effective et interne, l'autre composante étant constante.

- Si l'on met l'équation d'état (35) sous la forme :

$$\varepsilon^\circ = F_i(\sigma_i, T) \cdot F^*(\sigma^*, T) \qquad (45)$$

ce qui suppose que dans l'équation d'Orowan (4) on admet que :

$$\rho_m = \rho_m(\sigma_i, T) \qquad (46)$$

[17] [22] [24] et $v = v^*(\sigma^*, T)$ (19) [13] [...] [23], on peut relier les paramètres de sensibilité du transitoire et du stationnaire entre eux :

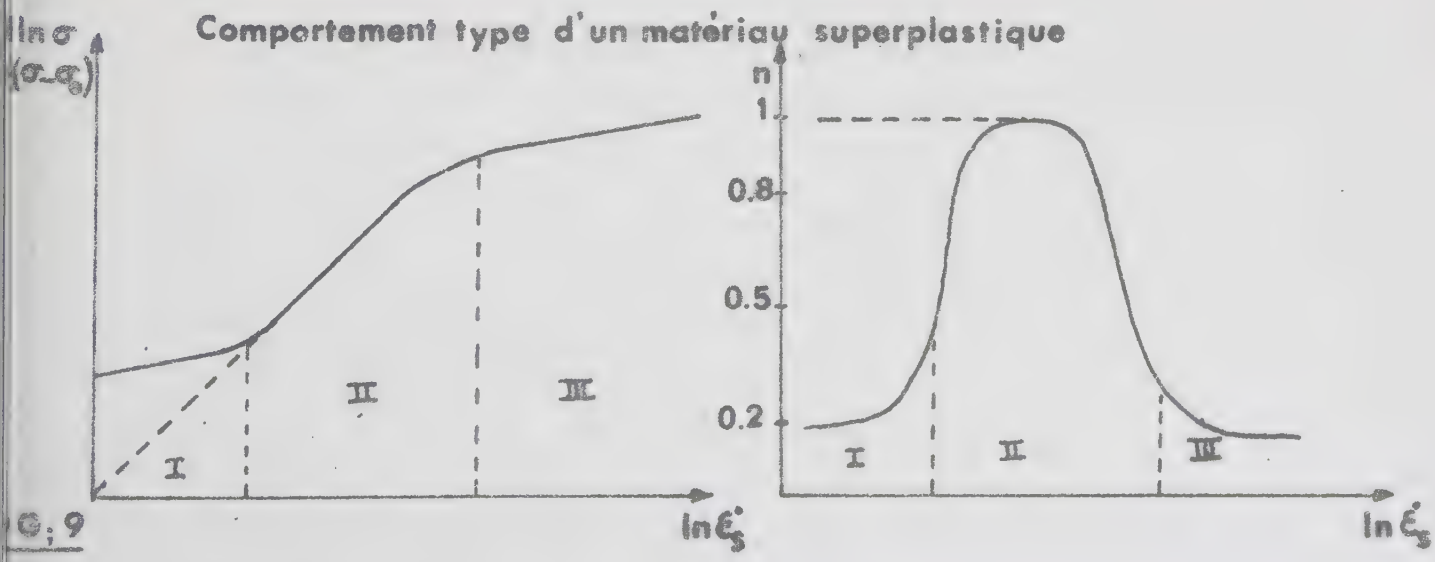
$$m_i = m'_i + m'^* \frac{m_i}{m^*} \quad (47a) \quad \text{et} \quad m^* = m'^* + m'_i \frac{m^*}{m_i} \quad (47b) .$$

Ces deux équations ne sont valables que si m'_i et m'^* sont indépendantes de la contrainte.

L'étude du fluage, à l'aide de ces paramètres expérimentaux, mène à des conclusions quant aux variations des différentes grandeurs physiques avec les variables thermodynamiques, et quant à la compréhension des phénomènes microstructuraux. Ils permettent en outre de séparer dans certains cas des phénomènes intimement liés et de confronter les résultats expérimentaux aux différents modèles existants.

1.3 - LA SUPERPLASTICITE.

Le terme superplasticité est utilisé pour caractériser l'anomalie de ductilité que présentent certains métaux et alliages (2100% d'allongement à la rupture pour l'eutectique Al-Mg [25]) dans une gamme de vitesse de déformation ε° et une gamme de température donnée ($T > 0,5\ T_F$). La superplasticité se manifeste généralement dans les alliages à grains fins, du type eutectique ou eutectoïde et se caractérise par un coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse : n, ($n = 1/m$) compris entre 0,3 et 1 [26]. Cette constatation est en accord avec l'étude de Hart [27], sur la stabilité de la déformation plastique, qui montre que pour les matériaux à caractères visqueux, donc ne présentant pas ou peu d'écrouissage, la valeur importante de n entraîne une grande stabilité de la déformation en retardant l'apparition d'une strictio Pour un matériau complètement visqueux (fluide de Newton $n = 1$), l'écoulement est stable. Violan [28] aboutit à des conclusions similaires pour les grandes déformations, en partant d'un critère et de relations microscopiques relatifs à la dynamique des dislocations (équations (4), (18), (24)).



Dans la majorité des alliages superplastiques, la variation de $\ln\sigma$ en fonction de $\ln\varepsilon^{\circ}$ est sigmoïdale et présente donc trois régions (fig.9a). Par conséquent, le paramètre n varie avec la vitesse et possède un maximum (fig.9b) auquel correspond l'état superplastique [26] ($n > 0,3$).

Dans la zone III, pour les vitesses élevées, $0,2 < n < 0,35$, le fluage restauration ou (et) le fluage visqueux prend place.

Dans la zone II, le maximum est souvent voisin de 1 ou de 0,5. Dans le premier cas, le fluage type Herring-Nakarro devient prépondérant [6] [7] alors que dans le second, le plus étudié, le fluage par glissement aux joints de grains semble être le processus de déformation [6] [7] [29] [30]. Il n'en reste pas moins posé les problèmes concernant les mécanismes de relaxation des contraintes induites par le glissement, qui permettent à la déformation de continuer. En général, la vitesse intergranulaire ε°_{GJ} est contrôlée par la vitesse de déformation intragranulaire ε°_{i}, ce dont rend compte la relation expérimentale :

$$\frac{\varepsilon^{\circ}_{GJ}}{\varepsilon^{\circ}_{i}} = \lambda\ (\sigma, T) \qquad (48)$$

De nombreux mécanismes de dislocations ont été proposés pour expliquer l'accomodation intragranulaire [1] [6] [7].

Dans la zone I, pour les très faibles vitesses ($\varepsilon^{\circ} < 10^{-8} s^{-1}$) l'exposant n a des valeurs identiques à celles de la zone III. Ceci est en désaccord avec les différents modèles théoriques, pour les faibles contraintes (Naborro-Herring et glissement aux joints de grains) qui ne prévoient pas la décroissance dans l'exposant.

L'existence de ce domaine est très discuté du fait que peu d'expériences ont été réalisées à cause de l'extrême durée des essais, et que suivant les alliages étudiés il ne se manifeste pas tout le temps.

En fait ce domaine est absent si l'on considère qu'il existe une contrainte critique "σ_o" au-dessous de laquelle la déformation ne se produit plus. La représentation $\ln\sigma$ en fonction de $\ln\varepsilon^o$, est alors la seule responsable de l'existence de la zone I, et une représentation $\ln(\sigma-\sigma_o)$ en fonction de $\ln\varepsilon^o$ ne fait apparaître que les deux domaines précédents (fig.9) [31] [32]. Le matériau a un comportement du type Bingham [33]. On peut remarquer l'équation (8), elle ne prévoit l'existence que de deux domaines avec passage progressif de la zone III vers la zone II et ne prévoit pas l'existence d'un seuil.

-:-:-:-:-:-:-

C H A P I T R E II

APPAREILLAGE.

INTRODUCTION

L'étude des matériaux présentant de grands allongements ($(\frac{\Delta l}{l_o})$ > 200 % pour une longueur initiale l_o de 25 mm) tant en fluage qu'en traction, pour des températures comprises entre 100°C et 1000°C, s'avère être difficile d'un point de vue expérimental. En effet pour ces allongements, il apparaît vite un gradient thermique entre les extrémités de l'éprouvette, qui perturbe l'écoulement du matériau et favorise l'apparition d'une striction qui conditionne la rupture [27]. Ce gradient résulte de la limitation de la zone homogène des fours à air (type Adamel) et à la présence d'un "gradient dynamique" dû au déplacement du mors mobile dans l'enceinte. On arrive facilement à des écarts de 4°C pour des allongements de l'ordre de 250 % au voisinage de 500°C (laitons) [34] [35] et de 5 à 10°C pour 600 % vers 250°C (Al-Zn), même avec un four possédant des enroulements multiples à commande indépendante [34]. De plus cette commande est inefficace pour des durées d'expérience supérieures à 8 heures avec de grands allongements car elle nécessite toujours la présence d'un opérateur. Pour pallier à ces difficultés nous avons pensé à réaliser une machine de fluage sur lit fluidisé régulé à l'aide d'actions proportionnelle, , intégrale et dérivée |P, I, D|.

II.1 - LE LIT FLUIDISE (fabriquant : HEURTEY)

II.1.1 - PRINCIPE :

Dans un moufle, entouré de résistances massives, isolé de l'extérieur et rempli de silice en poudre de différentes grosseurs on injecte par sa partie inférieure de l'air sous pression de façon à rendre l'ensemble parfaitement fluide ; on dispose ainsi d'un "liquide" homogène que l'on peut chauffer jusqu'à 1100°C à l'aide des enroulements tout en gardant une maitrise de la température.

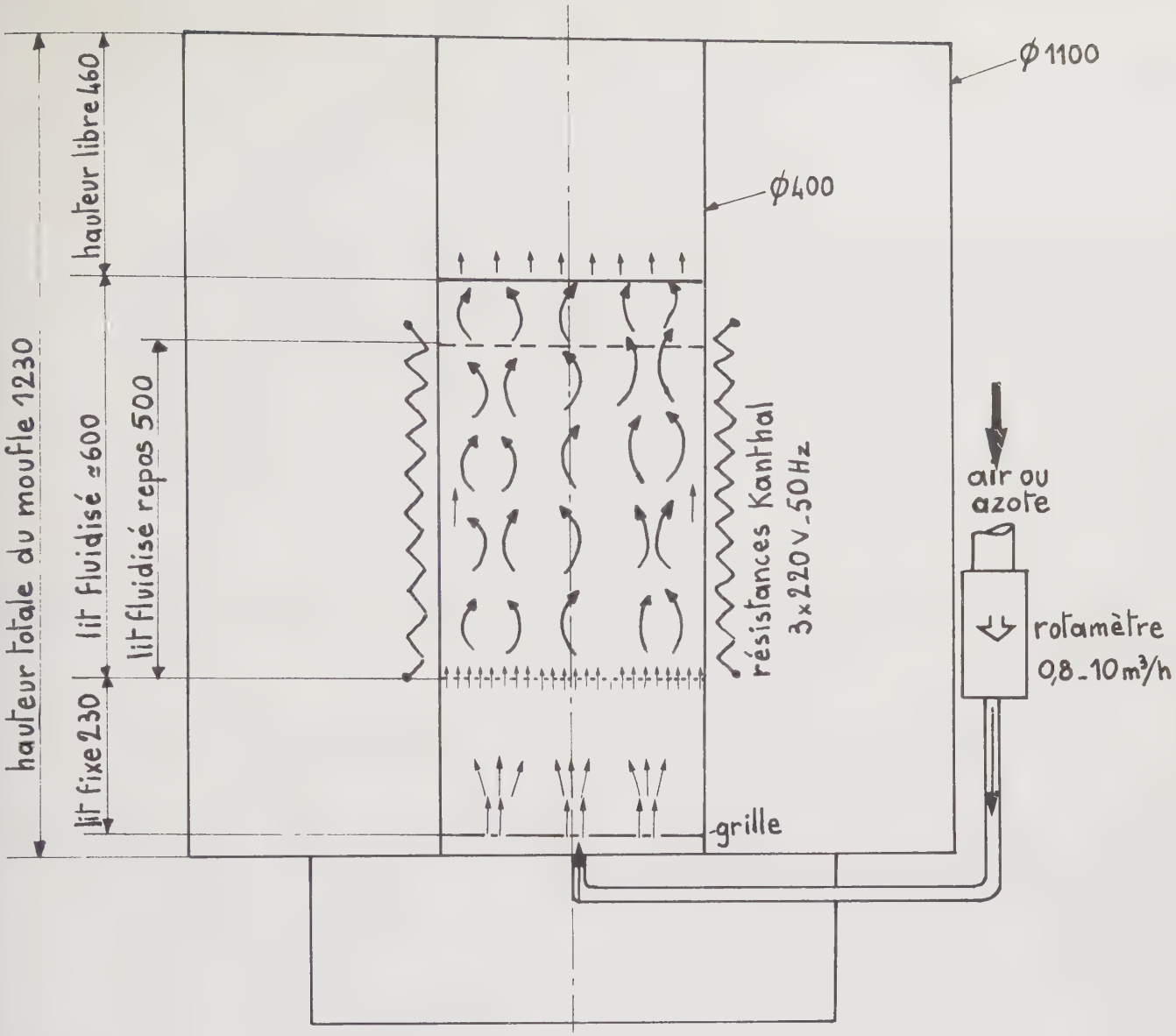
II.1.2 - DESCRIPTION DU LIT FLUIDISE (fig.10) :

a) Réalisation de la fluidisation :

Par le bas du moufle on insuffle de l'air ou un gaz quelconque sous pression, à l'aide d'un rotamètre (0,8 à 10 m^3/h) à travers une grille finement percée sur laquelle repose le lit fixe formé de corrindon grossier qui sert de répartiteur de gaz. Le gaz ainsi réparti entre dans le lit libre qu'il fluidise et rend homogène en température sur environ 400 mm (ΔT = 0°C).

b) Alimentation et régulation :

Le chauffage se fait à l'aide de neufs résistances en Kanthal, montées trois par trois en série dans un montage étoile et alimentées sous 220 V. La puissance maximum disponible est de 36 KW. Un modulateur de puissance à thyristors a été adapté de façon à faire varier linéairement



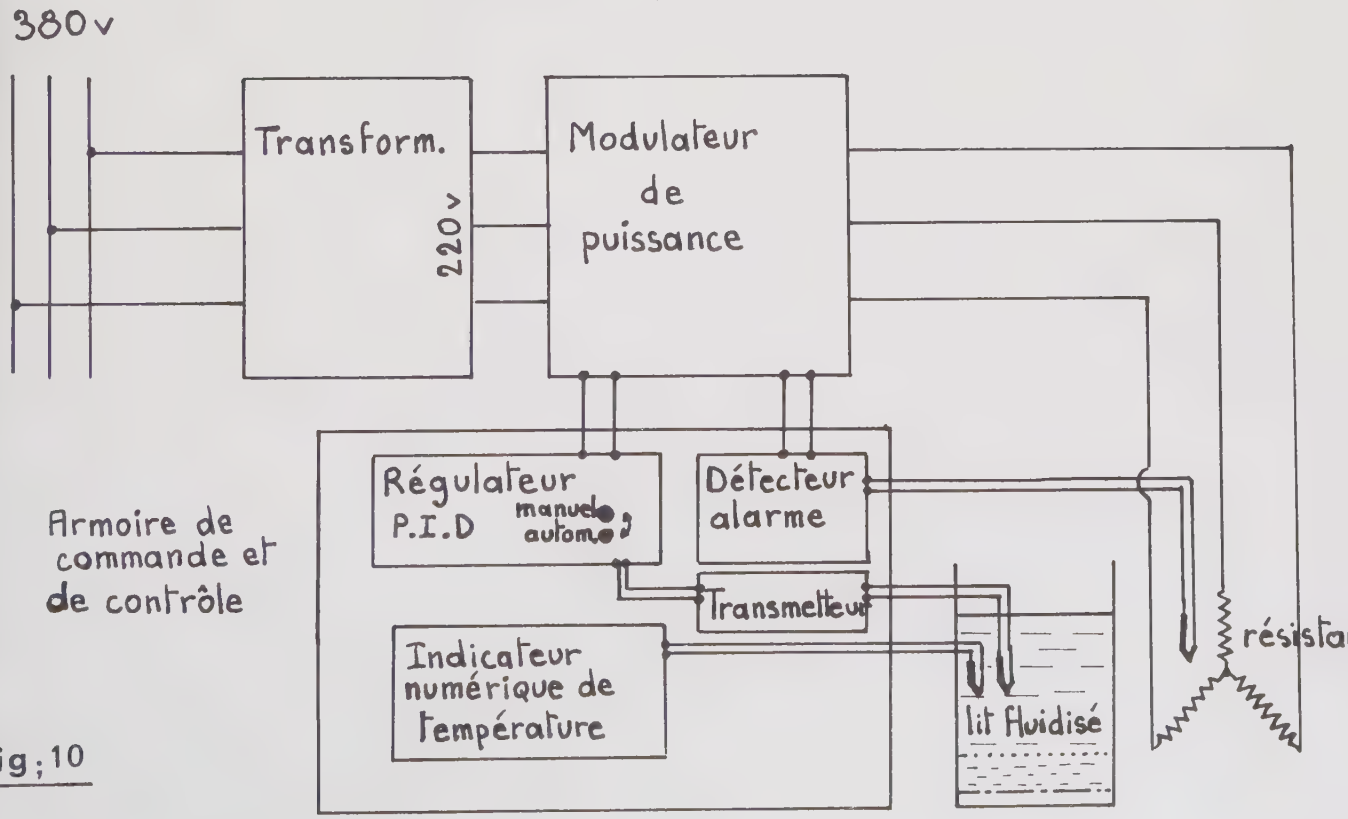


fig ; 10

Schémas de principe du fonctionnement d'un lit fluidisé

la tension de sortie de 0 % à 92 % de sa valeur nominale, en fonction d'un signal de commande (4-20 mA) qu'il est possible de régler manuellement. En position consignée, la valeur de ce signal est délivrée par un régulateur comportant des actions proportionnelle, intégrale et dérivée. Avec un choix judicieux de ces actions on arrive à des oscillations de ± 0,5°C en régime permanent sur un temps quasi-infini. Les gammes couvertes par les différents réglages sont :

action proportionnelle (P) : 5 à 200 %
action intégrale (I) lente : 0 - 20 min
intégrale rapide : 0 - 2 min
action dérivée (D) : 0 - 3 min.

(exemple de réglage : 500°C, P ≃ 10 %, I ≃ 8 min, D ≃ 1,5 min.).

- Un ensemble de sécurité protège l'installation, par interruption du chauffage, sitôt qu'un défaut de fonctionnement est détecté. Ils peuvent être de plusieurs natures : échauffement trop important des thyristors ou des résistances (pour ces dernières on règle le détecteur de seuil 150°C au-dessus de la température souhaitée), défaut de fluidisation par une baisse brutale de pression, et présence d'eau au fond de la fosse où est installé le lit.

II.2 - LA MACHINE DE FLUAGE.

Son rôle est de soumettre une éprouvette à une contrainte constante dans le temps indépendamment de son allongement. Ces conditions ne peuvent être réalisées qu'à condition d'admettre que la déformation plastique s'effectue à volume constant. Dans ce cas, si l_o et S_o sont respectivement la longueur et la section de l'éprouvette au moment t_o de la mise en charge, F la force constante appliquée et Δl l'allongement de l'éprouvette entre les instants t_o et t_1 quelconque : la contrainte passe de $\sigma_o = \frac{F}{S_o}$ au temps t_o à $\sigma = \frac{F}{S_o}(1 + \frac{\Delta l}{l_o})$ pour t_1 . (49)

La déformation rationnelle durant ce laps de temps est :

$$\bar{\varepsilon} = \int_{l_o}^{l_o+\Delta l} \frac{dl}{l} = \ln (1+ \frac{\Delta l}{l_o}) \qquad (50)$$

Il est donc nécessaire d'asservir la contrainte de manière à ce qu'elle reste constante, dès que l'allongement devient conséquent.

II.2.1 - REALISATION DE LA CONTRAINTE CONSTANTE.

Avec les hypothèses précédentes, la contrainte dépend de la longueur l de l'éprouvette suivant l'équation (49) ; $\sigma = \frac{F}{S_o} \times \frac{l}{l_o}$; il faut donc astreindre le numérateur à rester constant soit :

$$F \times l = k . \qquad (51)$$

Le moyen le plus simple pour y parvenir est celui proposé par Andrade (fig.11a);il asservit linéairement la force F au bras de levier variable r d'une came.

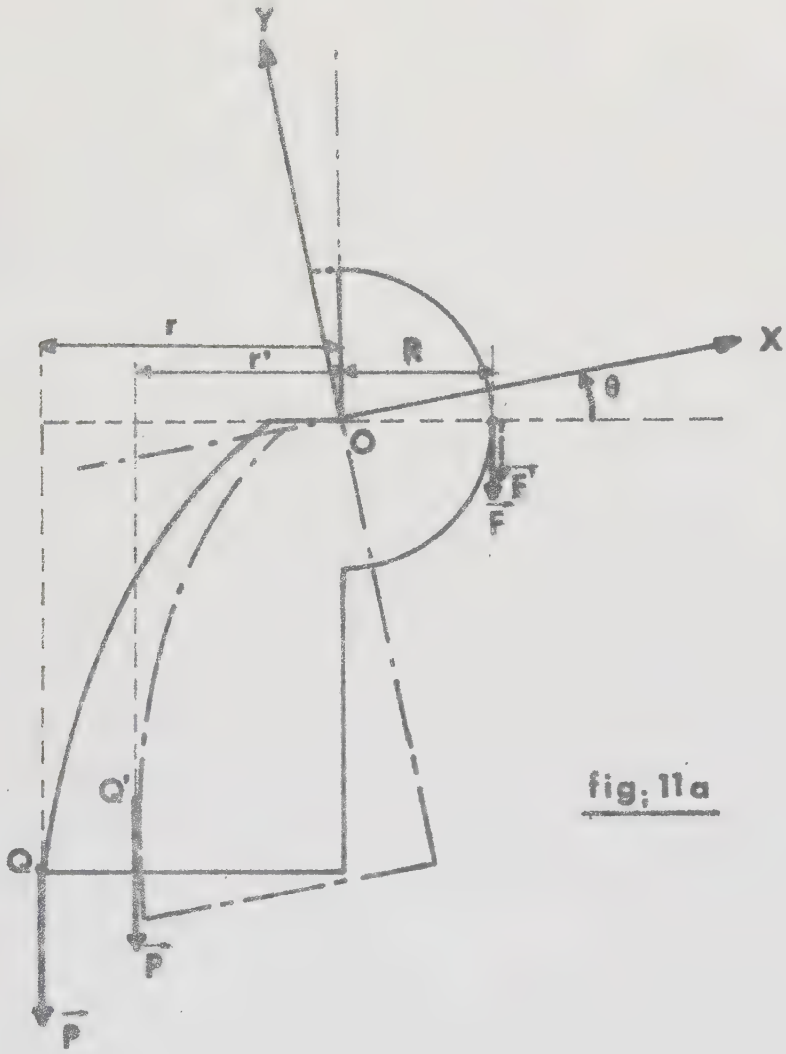


fig. 11a

L'égalité des moments entraîne $r = \frac{R}{p} F$ soit $r = \frac{kR}{p(l_o+R\theta)}$ (52

si θ est l'angle de rotation de l'ensemble lorsque l'éprouvette s'est allongée de Δl. En se ramenant à un repère cartésien, tel que celui de la fig.11a, l'équation paramétrique de la came s'écrit :

$$x = -\frac{kR}{p(l_o+R\theta)}\left(\cos\theta - \frac{R\sin\theta}{l_o + R\theta}\right)$$

$$y = \frac{kR}{p(l_o+R\theta)}\left(\sin\theta - \frac{R\cos\theta}{l_o + R\theta}\right) \qquad (53)$$

Pour qu'un allongement maximum Δl de 150 mm environ corresponde à un quart de tour de l'ensemble, le rayon du secteur circulaire doit être de $R = \frac{2\,\Delta l}{\pi} \simeq 100$ mm. En fixant les valeurs, du rapport $\frac{r}{R} = \frac{\sigma S_o}{p}$ à $\frac{1}{2}$ pour $l = l_o$, et de la charge maximum admissible p à 100 kgf, la dynamique de contrainte s'échelonne de 0 à 4 kg/mm^2 pour une éprouvette de 4 mm de diamètre. Pour la réalisation mécanique (fig.11b) par copiage, l'enveloppe de la came a été calculée et tracée sur une machine Hewlett Packard modèle 9830 A reliée à une table traçante.

II.2.2 -REALISATION MECANIQUE DE L'ENSEMBLE.

Le bâti de la machine est composé de quatre platines, reliées entre elles par six colonnes inoxydables. La platine inférieure en inoxydable réfractaire soudé est en forme d'étoile à trois branches ajourées pour permettre la fluidisation tout en gardant une excellente rigidité (section en U). Les deux platines intermédiaires circulaires permettent la jonction entre la partie supérieure à la température ambiante et la partie thermiquement sollicitée. Elles sont refroidies énergiquement à l'aide d'une circulation d'eau noyée dans du plomb afin d'améliorer l'échange thermique par conduction. La plate-forme supérieure circulaire est destinée à supporter l'ensemble des poulies et cames nécessaires pour appliquer les différentes forces.

L'éprouvette à contraindre est prise entre le mors fixe massif solidaire du bâti et le mors mobile creux sur lequel on applique la force à l'aide de poids calibrés. Le guidage du mors mobile par rapport à une colonne de la partie supérieure est réalisé par une "glissière sur rails" de 205 mm de course, montée verticalement et protégée des poussières de sable résiduelles par un capot fermé dans lequel règne une légère surpression d'air. L'éventuel défaut d'alignement entre les mors est corrigé

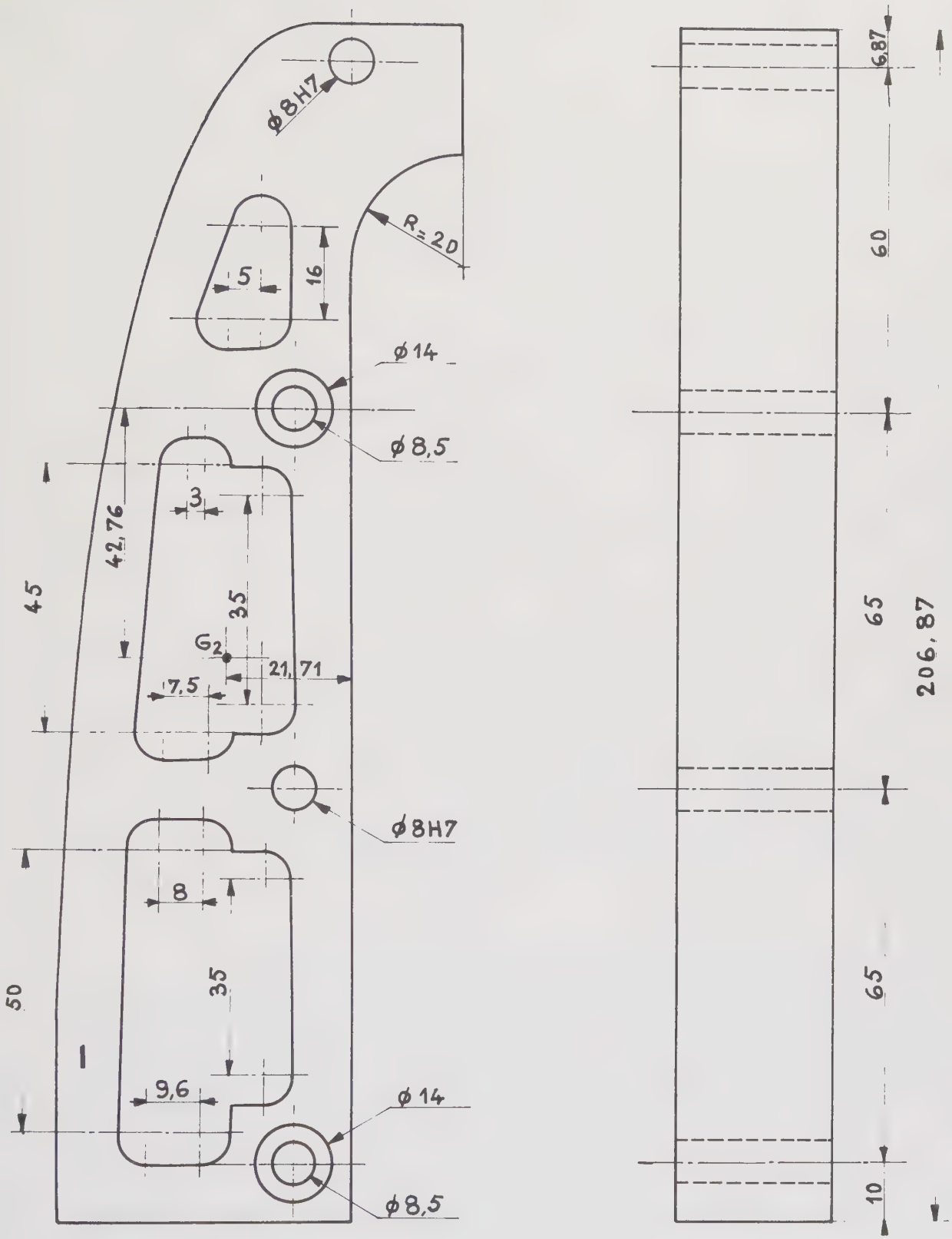


fig.11b **Réalisation pratique de la came**

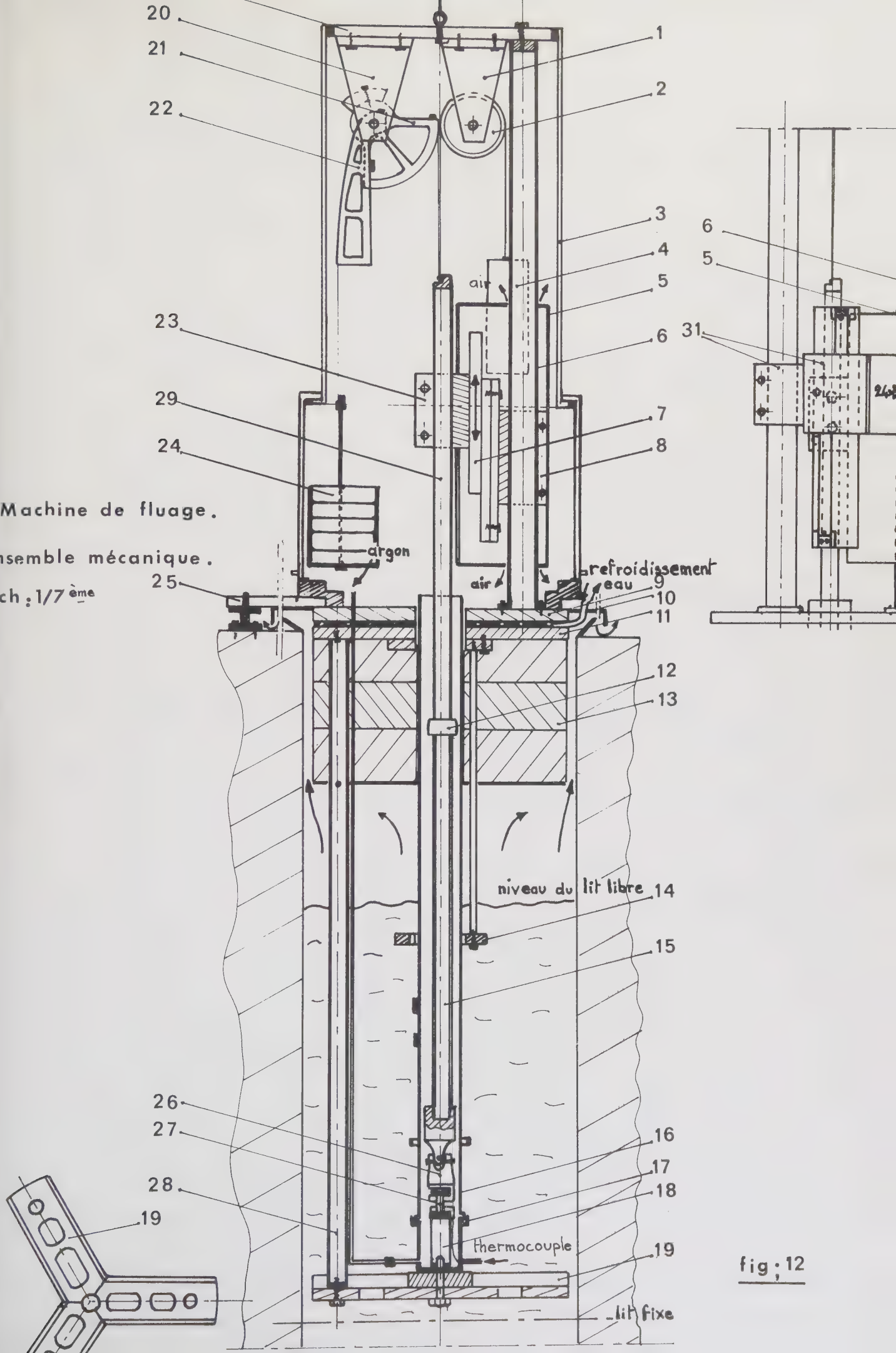
d'une part à l'aide d'un cardan double en graphite dont l'efficacité est excellente même à haute température et d'autre part par la forme hémisphérique des embouts vissés sur l'éprouvette. A partir de 500°C, il est nécessaire de travailler sous atmosphère neutre (Argon) pour réduire l'oxydation de graphite et de l'éprouvette.

La moitié inférieure du mors mobile est en alumine frittée de manière à réduire les pertes thermiques, l'autre moitié en inoxydable. (La conductibilité thermique de l'alumine n'est que de 0,01 cal/cm^2/cm/S/°C à 800°C soit environ six fois plus faible que celle d'un acier inoxydable). La partie de l'équipage mobile sollicité thermiquement est protégé du "sable" par un tube réfractaire escamotable au niveau de l'éprouvette, la partie supérieure l'étant par une vitrine étanche en "altuglass".

La transmission de l'ensemble des efforts appliqués au mors mobile, contre poids et charge pour contraindre l'éprouvette, se fait par des feuillards en "Hasberg" (0,1 x 25 mm, dureté : 200 kg/mm^2) s'enroulant sur des cames et poulies multiples dont les axes de rotation sont montés sur roulements à billes. La résultante des forces de frottement, évaluée comme étant la plus petite charge susceptible de faire démarrer le mors mobile est inférieur à 100 gf ce qui est remarquable pour une machine verticale.

Pour rendre la mise en charge instantanée sans altérer l'éprouvette, la mobilité du mors est commandée par un électroaimant ; il suffit de le libérer pour contraindre l'éprouvette lorsque la charge est en place. Les contacts, embouts-mors, sont réalisés préalablement par une légère surcharge (100 g) afin de déséquilibrer l'ensemble.

Le schéma de principe, ainsi que des vues différentes de la machine suspendue au portique (position de sortie et de travail) sont représentés sur les figures 12, 13, 14 et la nomenclature des différents organes est portée ci-dessous :



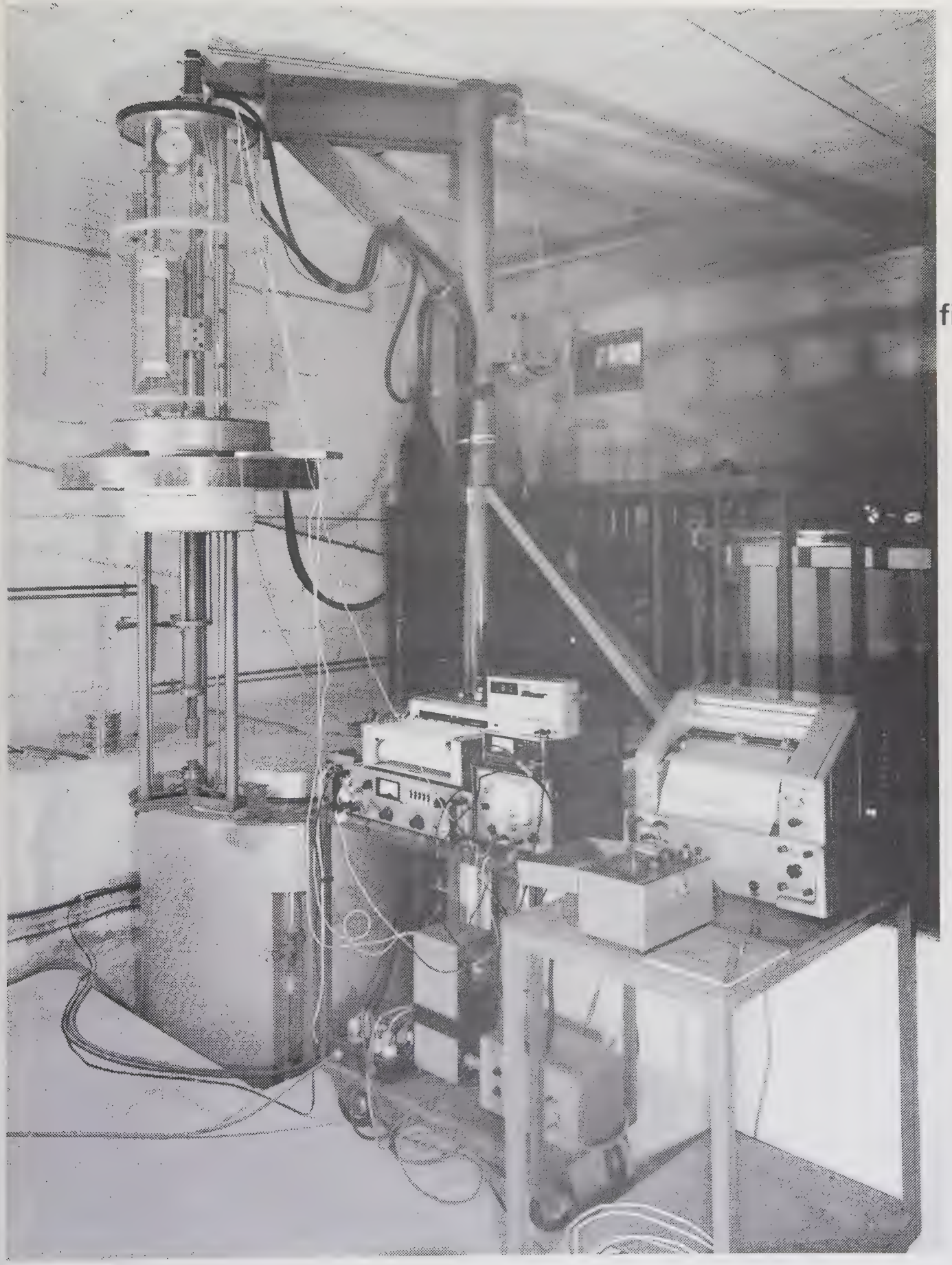
Machine de fluage.

Ensemble mécanique.

éch : 1/7 ème

fig ; 12

1) Support de poulie du contre-poids (AU4G)
2) Poulie du contre-poids pour équilibrage de l'équipage mobile (AU4G)
3) Vitrine en "altuglas" transparent pour la protection de l'ensemble mécanique contre le sable (2 parties)
4) contre-poids
5) Capot de protection de la glissière contre le sable (AU4G)
6) 3 colonnes à 120° en inox (Z 6 CN 18-09)
7) Glissière sur rails type "A", série course "longue", qualité "mouvement", pour guidage du mors mobile (acier)
8) Support de glissière fixé sur une colonne fixe (AU4G)
9) Platine intermédiaire circulaire (AU4G)
10) Piège à sable en tôle inox (Z 6 CN 18-09)
11) Platine circulaire intermédiaire (Z 6 CN 18-09)
12) Manchon de raccordement en inox (Z 6 CN 18-09)
13) Ecran thermique en "diatisol" (3 épaisseurs)
14) Guidage du tube de protection
15) Tube creux intermédiaire en alumine frittée (28 x 600)
16) Tube de protection de l'ensemble du mors mobile, en inox réfractaire (Z 15 CN 23-13)
17) Piège à sable et ouverture de l'ensemble pour introduction de l'éprouvette
18) Mors fixe en inox réfractaire (Z 15 CN 23-13)
19) Platine inférieure en réfractaire soudée, en forme d'étoile à trois branches à 120° (Z 15 CN 23-13)
20) Support de l'ensemble des cames (AU4G)
21) Secteur circulaire pour renvoi de l'effort sur la came (AU4G)
22) Came pour l'application de l'effort (AU4G)
23) Support de glissière fixé sur le mors mobile (AU4G)
24) Poids en acier chromé (5 Kg pièce)
25) bras de centrage de l'ensemble sur le lit (3 x 120°) (AU4G)
26) Cardan double en graphite comprimé à structure très fine
27) Eprouvette
28) 3 colonnes à 120° en inox (Z 6 CN 18-09)
29) Tube supérieur du mors mobile (Z 6 CN 18-09)
30) Platine supérieure circulaire en AU4G
31) Frein électro-magnétique (24 V - 2A) pour blocage de l'ensemble mobile.



fig;1

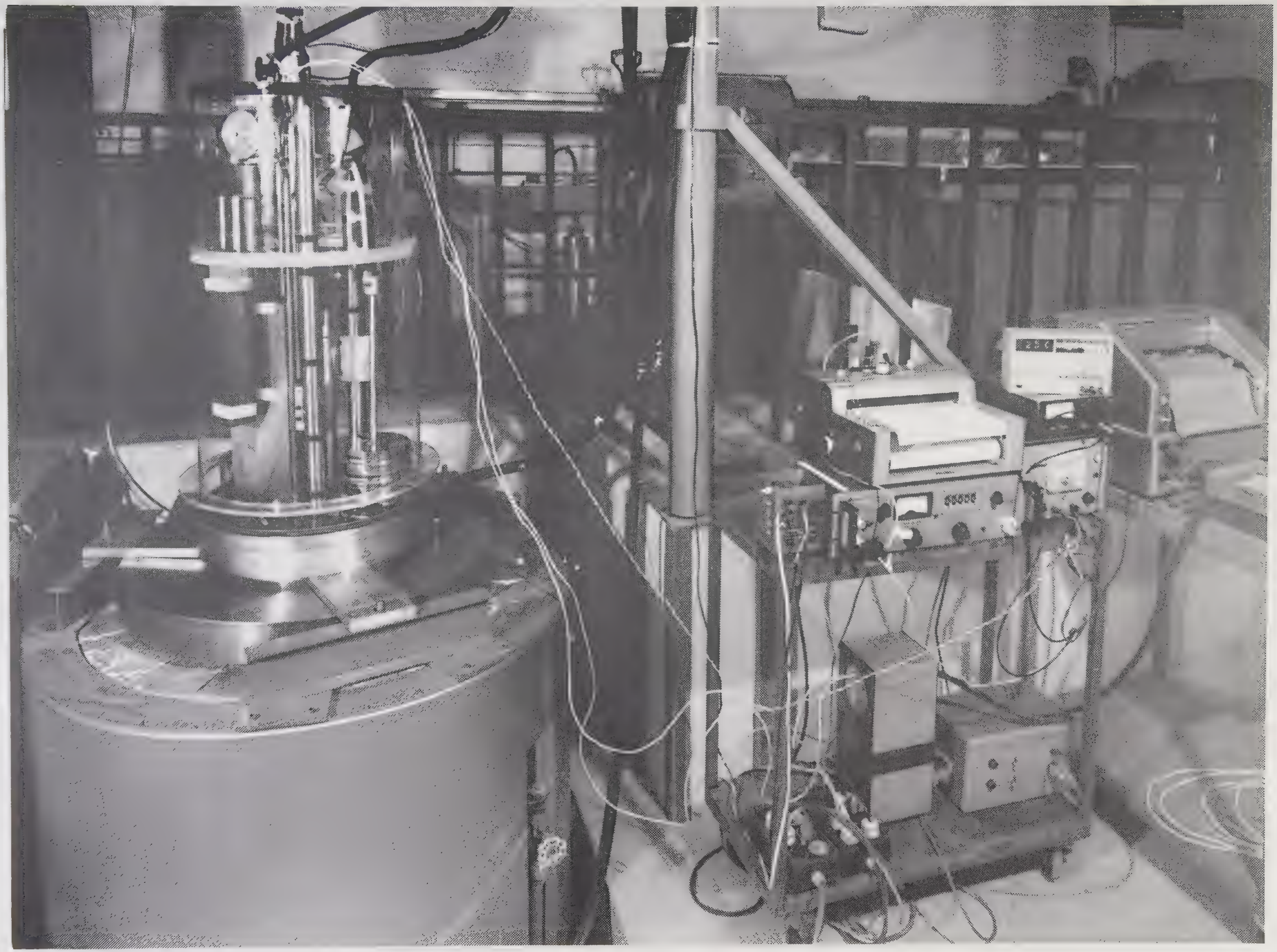


fig. 14

II-2-3 - ELECTRONIQUE ASSOCIEE (fig.15)

- La mesure des allongements se fait à partir d'un potentiomètre angulaire de précision couplé sur l'axe de rotation du frein électromagnétique. Ses caractéristiques sont les suivantes : R = 100 k Ω pour 6500 spires avec une linéarité de ± 0,05 %, soit pour une course utile de 357°, 18 spires par degré. La course maximum de 150 mm est ramenée à un tour de potentiomètre par l'intermédiaire du tambour d'enroulement des feuillards de freinage.

- Pour enregistrer directement la déformation rationnelle

$$\bar{\varepsilon} = \ln \frac{l}{lo} , \qquad (50)$$

en fonction du temps, nous réalisons le montage suivant : la tension délivrée par le potentiomètre et proportionnelle à la longueur instantanée de l'éprouvette, est amplifiée logarithmiquement puis sommée à une tension constante correspondant à log lo, pour être amplifiée de nouveau afin de sortir sur l'enregistreur type "Sefram" la différence des valeurs Népériennes.

- La température de l'éprouvette est captée à l'aide d'un couple chromel-alumel, affichée numériquement sur un transmetteur, puis convertie en analogique pour entrer sur la deuxième voie de l'enregistreur type "Sefram". La sensibilité utilisée nous permet d'apprécier 1°C par demi-centimètre.

- Afin d'éviter les risques d'endommagement de la machine et de déchirement des feuillards lors de la rupture de l'éprouvette, les poids se trouvant alors en chute libre, l'alimentation du frein est commandée par un bistable basculant sitôt qu'un seuil dans la vitesse de déformation a été franchi. En effet, lors du fluage tertiaire précédent la rupture, la vitesse de déformation s'accèlère, donc la pente du signal u = f(l), donnée par un dérivateur monté à la sortie du potentiomètre, augmente jusqu'à ce qu'elle atteigne la valeur du seuil de basculement pré-réglée, où le blocage du mors mobile se produit.

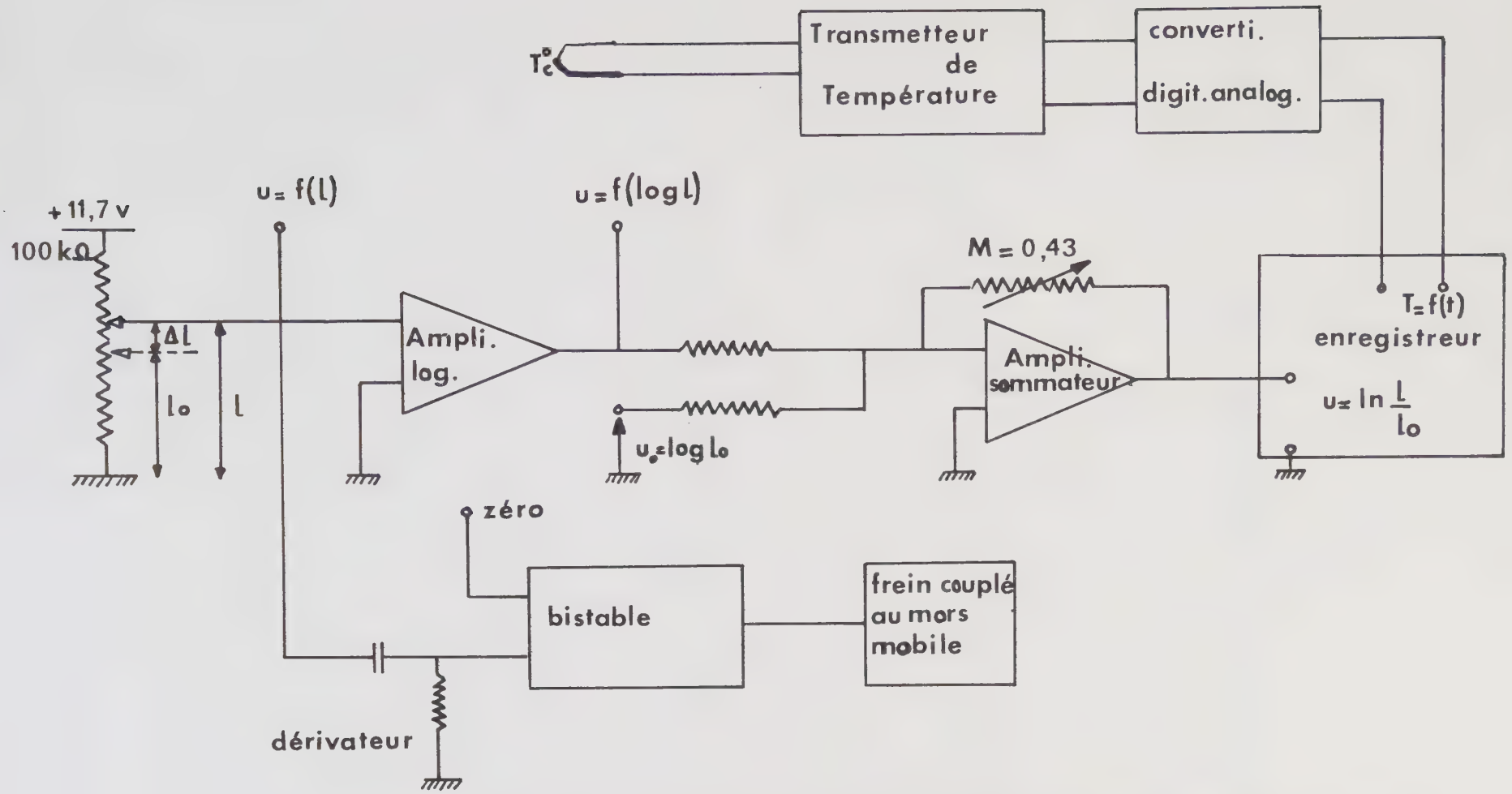


Schéma de principe de la mesure de la déformation rationnelle et de la commande du frein

fig. 15

II.3 - PERFORMANCES DE L'ENSEMBLE.

Nous avons testé cet appareillage à l'aide des résultats obtenus sur des matériaux partiellement étudiés sur une autre machine [34] (Lβ,Al Zn et Al Si).

La montée en température dure de 30 à 45 minutes entre deux manipulations, le lit accusant une chute d'environ 15°C.

Le gradient thermique est quasiment nul sur environ 400 mm au sein de la machine et la température fixe à ± 0,5°C dans le cas le plus défavorable (temps long supérieur à 10 H).

L'accord entre les vitesses de fluage obtenues sur les différentes machines est excellent pour les trois alliages. Cependant, au-delà de 250 % d'allongement, pour l'alliage Al-Zn trempé superplastique, l'allure des courbes est différente : alors que sur la présente machine la vitesse reste stationnaire, elle augmente régulièrement sur l'autre. Cette différence de comportement est une conséquence de l'instabilité en température le long de l'éprouvette, les irrégularités de section ($\frac{\Delta S}{S}$) passent de 25 % à 110 % pour un allongement de 600 %, suivant le type de machine utilisée. Dans le second cas, l'hypothèse de l'écoulement uniforme est donc fausse, la contrainte n'est plus constante mais croît avec l'allongement sur la partie où se localise la déformation.

Cette machine entièrement réalisée au laboratoire avec le plus grand soin, s'avère être un outil précieux pour l'étude des alliages superplastiques et pour les manipulations de longues durées.

II.4 - APPAREILLAGE UTILISE DANS LE PRESENT TRAVAIL.

La réalisation de l'ensemble précédent, depuis le dessin des plans jusqu'à ce que la construction soit opérationnelle, a nécessité environ onze mois de travail. Par conséquent, la majorité des résultats de fluage ont été obtenus sur une ancienne machine réalisée également au laboratoire [34].

II.4.1 - LA MACHINE DE FLUAGE.

Cette machine est chauffée par un four "Adamel" à enroulements multiples, alimentés par deux alternostats (15A) réglables indépendamment. La régulation se fait par un dispositif électronique RAM "Schlumberger" "tout au rien". L'allongement des alliages étudiés étant inférieur à 200 %, la zone homogène du four est suffisante et l'on arrive à tenir la température désirée à $\pm$ 1°C, en corrigeant fréquemment les profils de l'évolution de la température et du gradient à l'aide des alternostats. L'imposition de la contrainte constante (0-2 kg/mm^2) est également réalisée à l'aide d'une came, à 1% près.

II.4.2 - LA MACHINE DE TRACTION (fig.16).

Nous avons réalisé quelques essais de traction et de relaxation sur une machine type "Instron" dont la capacité maximum est de cinq tonnes.

La dynamique des forces mesurables suivant la sensibilité de la cellule s'échelonne de 2 grammes à 5 tonnes pour une pleine échelle.

L'ensemble thermique est un four ouvrant vertical à baguettes de chauffage en carbure de silicium. Afin d'éviter "l'effet de cheminée", un soufflet en néoprène assure l'étanchéité sur le bas du mors mobile tandis qu'un bouchon en laine de verre ferme l'extrémité supérieure du four. Comme sur les machines de fluage, les mors de traction sont réalisés en alumine frittée (E = 35 000 kg/mm^2) de façon à réduire les fuites thermiques. L'effet dynamique, du déplacement du mors, sur la température est amoindri grâce à un "thermocoax" (500 Watts) enroulé sur ce dernier.

L'alimentation du four est identique à celle décrite précédemment, chaque moitié du four étant alimentée indépendamment.

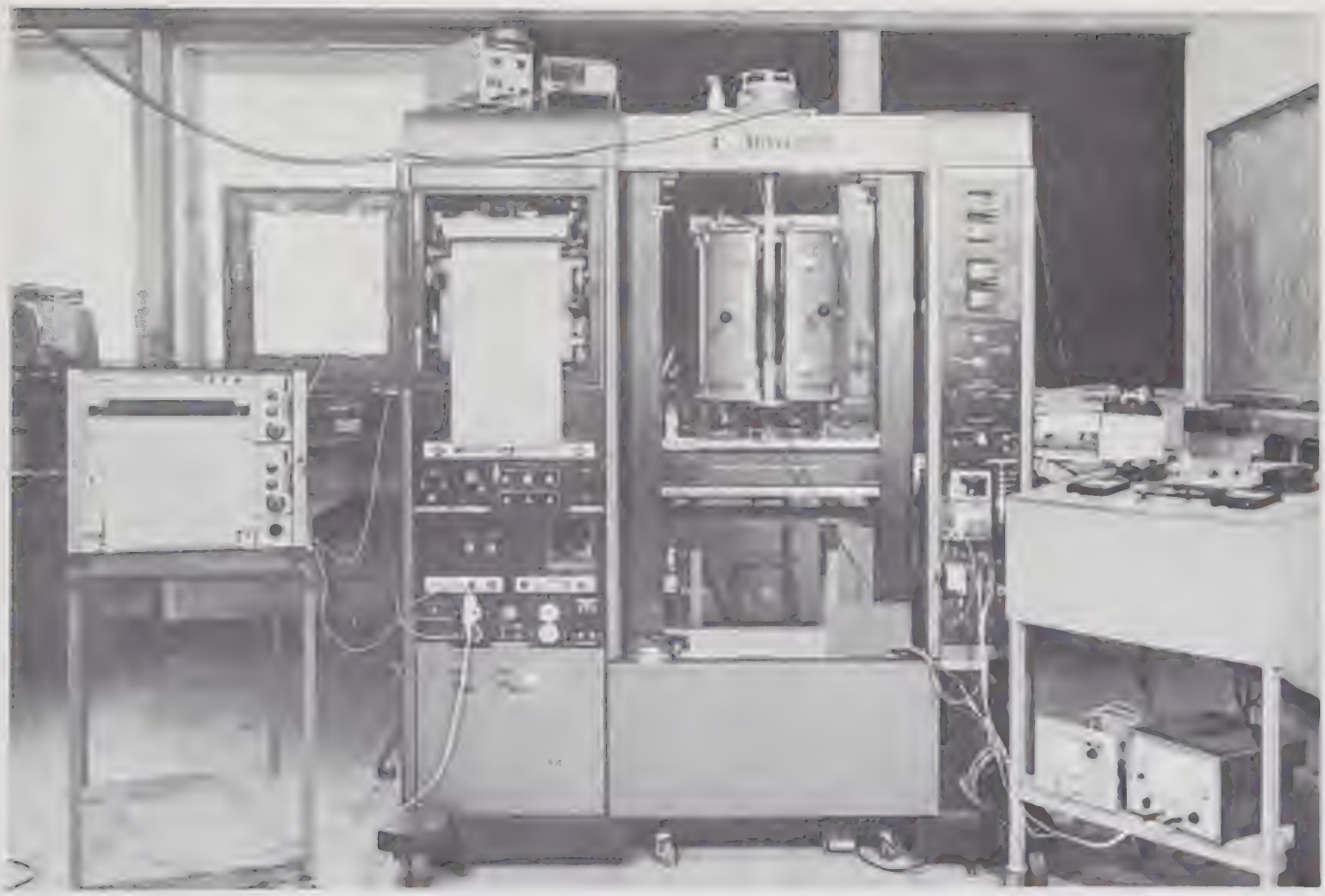
Les mesures des grandeurs thermiques se font par deux thermocouples reliés à un pont "Méci" dont la sortie est connectée sur un enregistreur.

Durant l'essai de traction en mesure, la force s'exerçant sur l'éprouvette en fonction du temps, la traverse mobile se déplaçant soit à une vitesse linéaire constante $\frac{dl}{dt} = c$, soit d'une manière exponentielle de façon à ce que la vitesse de déformation rationnelle reste constante $\varepsilon^\circ = \frac{1}{l}\frac{dl}{dt} = C$ d'où $l = l_o \exp Ct$. De l'enregistrement, on peut calculer et tracer la courbe effort-déformation en coordonnées rationnelles :

$$\bar{\sigma} = f(\bar{\varepsilon}).$$

Pour l'essai de relaxation il suffit d'immobiliser la traverse mobile après une déformation imposée en traction et d'enregistrer la décroissance de la force avec le temps. La relaxation étant un phénomène très rapide à haute température durant les premiers instants, il faut prévoir une très grande vitesse de déroulement du papier. Nous sommes limités à 50 cm/min mais 100 cm/min serait souhaitable.

Machine de traction "Instron" pour essais à chaud.



II.4.3 - LES EPROUVETTES.

Les alliages utilisés sont élaborés au Centre d'Etudes des Industries de la Fonderie à partir de métaux de pureté électrolytique, sous forme de jets de 3 kg, présentant après écroutage un diamètre de 45 mm. Les éprouvettes, adaptables sur plusieurs machines, sont tournées à partir de barre de 9 mm de diamètre obtenue par filage à chaud après une réduction de 5, sur une presse horizontale à conteneur mobile, réalisée au laboratoire. La température, la poussée et les traitements ultérieurs au filage dépendent évidemment des matériaux, mais l'opération s'effectue toujours à vitesse faible (10 à 20 cm/min en sortie de filière). Les différentes opérations de tournage, ébauche, filetage des têtes et finitions sont réalisées sur une machine semi-automatique, les tolérances d'usinage ainsi que les côtes sont données ci-dessous :

$\phi = 4 \text{ mm} \begin{smallmatrix} +0{,}01 \\ -0{,}01 \end{smallmatrix}$ diamètre du corps de l'éprouvette,

$l_o = 25 \text{ mm} \pm 0{,}1$ longueur utile,

$l_T = 41 \text{ mm} \pm 0{,}1$ longueur totale,

$\phi_T = 8$ mm diamètre des têtes filetées (M8)

-:-:-:-:-:-:-:-

C H A P I T R E III

ETUDE DE L'EUTECTIQUE $Al\ Si$ (11,6 %)

RESULTATS ET INTERPRETATIONS.

A notre connaissance, le fluage haute température de l'alliage eutectique Al-Si a été peu étudié [36] [37]. Pourtant, les alliages du type Al-Si (5 à 25 % de Si) forment un des groupes les plus importants des alliages légers de fonderie.

Seuls PRESNYAKOV et STARIKOVA [36] ont montré que cet alliage malgré sa composition eutectique est très peu superplastique, avec un allongement à la rupture de l'ordre de 120 % (essais réalisés en traction).

Dans ce chapitre nous étudierons donc le comportement mécanique de cet eutectique à haute température (400 - 575°C).

III.1 - ESSAIS PRELIMINAIRES.

III.1.1 - LE DIAGRAMME D'EQUILIBRE.

Le diagramme d'équilibre (fig.16) présente un eutectique à 577°C [38] [39], ce que nous avons vérifié par analyse thermique (fig.17), le palier de solidification se trouvant à 578°C ± 1°C.

La composition eutectique exacte semble être de 12,6 % en poids de silicium, d'après des travaux récents [39] [40] et non 11,7 % comme le laisse prévoir certains auteurs [38]. Ces derniers étant nos références premières, notre alliage (11,6 %) doit être légèrement hypoeutectique.

Pour vérifier cette composition nous avons réalisé une analyse thermique différentielle (ATD). L'échantillon est constitué d'un petit cylindre de 500 mg environ, le témoin utilisé est de la poudre de fer pur et l'ensemble est soumis à une montée linéaire en température de 5°C/min à partir de 400°C. Après avoir été maintenu une dizaine de minutes à 680°C l'ensemble est refroidi lentement. La courbe donnant la différence de température entre l'échantillon et le témoin en fonction de la température (fig.18) présente, outre une dérive continue due à la différence de chaleur spécifique (Cp) entre les deux matériaux, un pic de chaleur latente, endothermique à la fusion et exothermique à la solidification, qui correspond à la transformation eutectique. Sur ce pic important vient se greffer, au refroidissement seulement, un petit pic parasite situé à une température supérieure à celle de l'eutectique, qui correspond à un dégagement de chaleur dû au franchissement de la ligne "liquidus-solidus" ; la composition n'est donc pas tout à fait celle de l'eutectique, en accord avec nos références [39] et [40].

Diagramme d'equilibre de l'alliage AL_Si

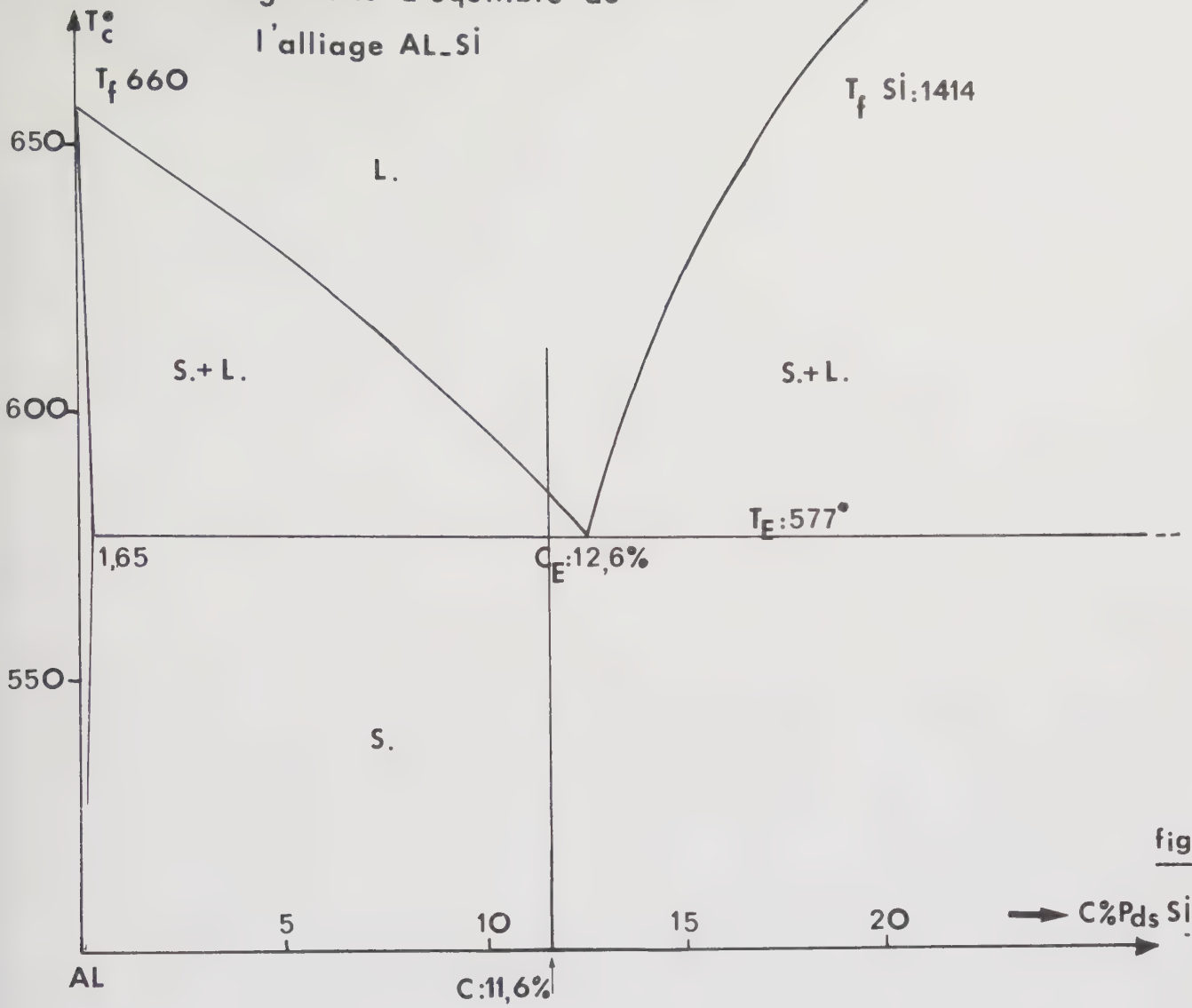


fig:16

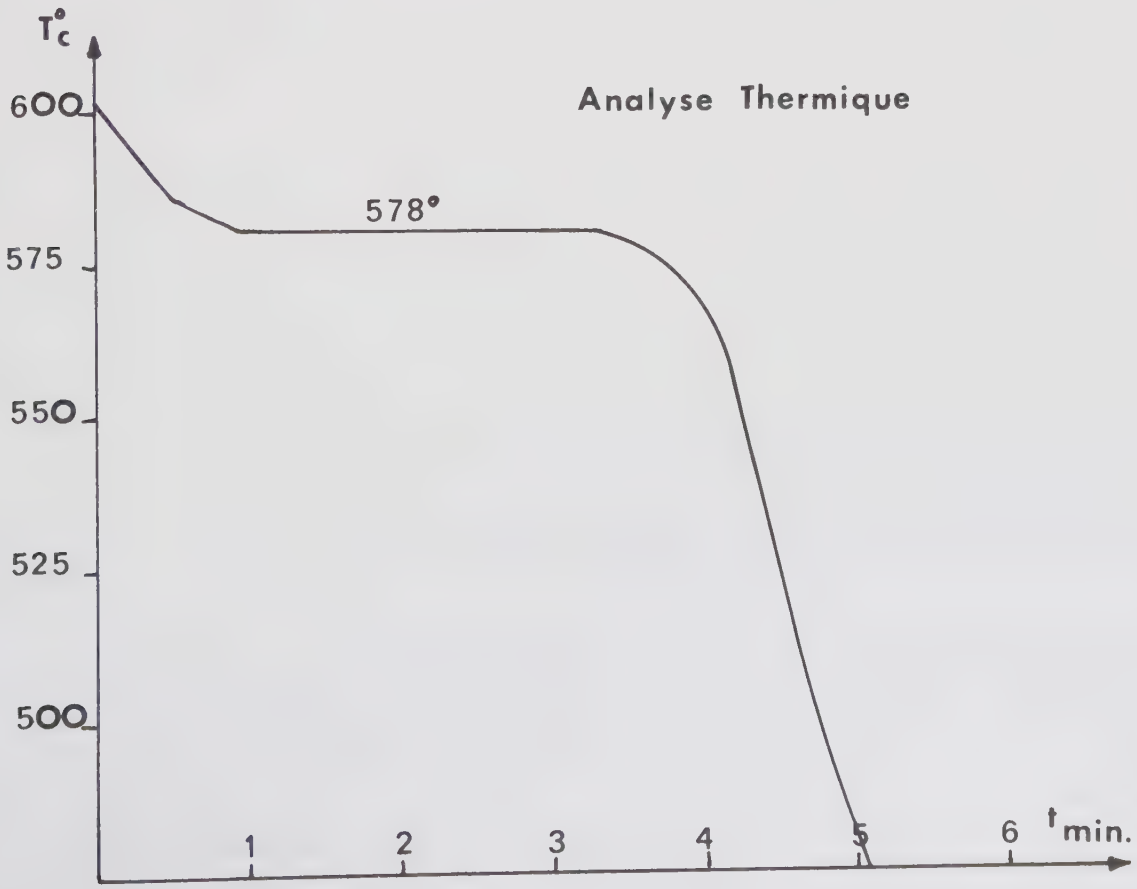


fig:17

III.1.2 - LES ECHANTILLONS.

a) Composition exacte et condition de filage :

La composition exacte des échantillons élaborés à partir des jets fournis par le CETIF (Centre d'Etudes Techniques de l'Industrie de la Fonderie) est donnée ci-dessous :

Si 11,6 %, Cu < 0,01 %, Fe ≃ 0,08 %, autres métaux néant.

La morphologie de l'eutectique a été modifiée par l'addition d'un faible pourcentage de sodium (Na ≃ 0,2 %) avant la coulée dans les lingotières coquilles (refroidissement moyennement rapide). Après solidification il ne subsiste aucune trace de sodium. L'addition de cet élément a pour but d'affiner la structure, il se produit une grande réduction de l'espace interlamellaire, un changement dans la forme des fibres de Si et un affinage du grain [39] [40] . La finesse de structure est recherchée d'une part pour l'observation de l'éventuelle superplasticité et d'autre part pour l'amélioration des propriétés mécaniques. Un refroidissement très rapide produit le même changement dans la structure.

Afin de minimiser l'écrouissage pendant le filage, on l'effectue à 450°C après un maintien préalable, d'une heure environ des lopins à cette même température. Cette opération est réalisée à faible vitesse, la poussée exigée est de 25 tonnes en moyenne et la vitesse de sortie de la barre en bout de filière varie de 15 à 20 cm/min. Le refroidissement a lieu à l'air libre et aucun recuit n'a été effectué de façon à ne pas favoriser le grossissement des grains.

b) Microdureté et observations métallographiques.

La dureté Brinell, pour une barre filée provenant de lingots refroidis en coquille mesurée avec une bille de 1 mm de diamètre et sous une charge de 10 kg est d'environ 48 H_B. La microdureté Vickers,

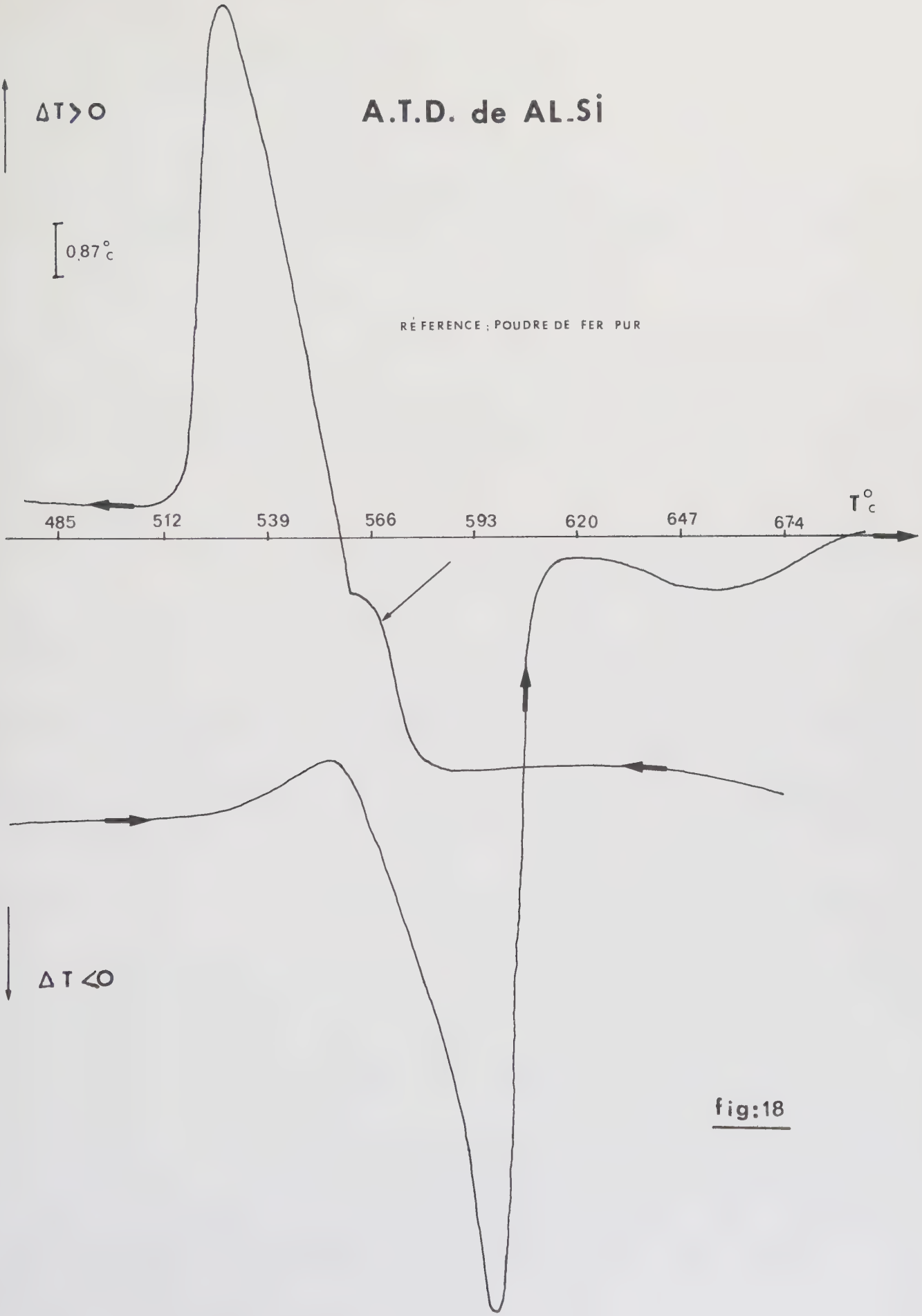

A.T.D. de AL-Si
ΔT>O
0,87°c
RÉFERENCE ; POUDRE DE FER PUR
485
512
539
566
593
620
647
674
T°c
ΔT<O

fig:18

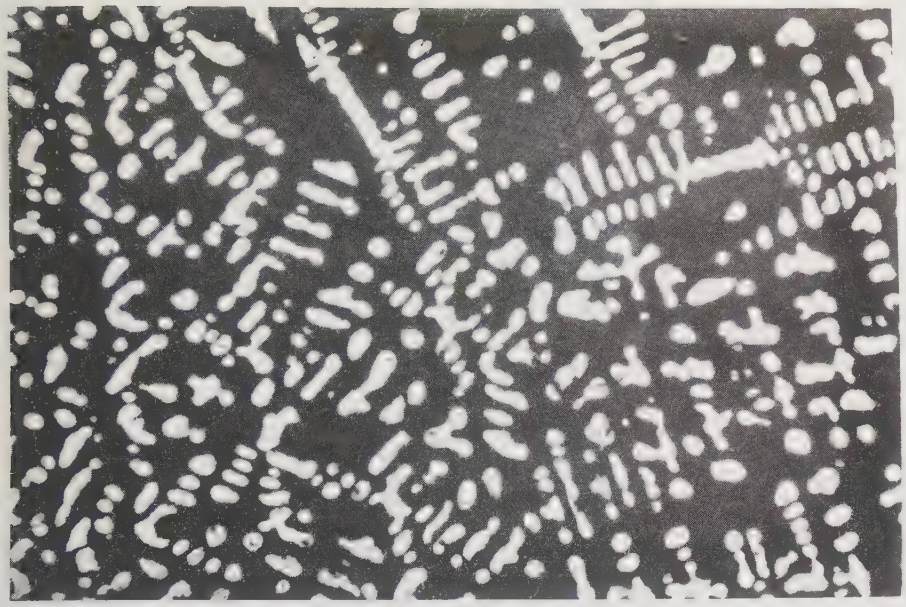
mesurée à l'aide d'un microduremètre monté sur la platine du microscope et déterminée à l'aide de la relation $H_v = \frac{1,854\ P(kg)}{d^2(\mu)}$ a une valeur moyenne de 85 kg/mm^2 pour une charge de 63 grammes.

La structure d'ensemble des échantillons est révèlée par une attaque à l'acide fluorhydrique à 0,5 %. Elle présente des dendrites blanches de solution solide (78 Hv), dispersées dans un fin eutectique gris (96 Hv) (fig.23a). On remarque que la modification par le sodium est correcte car il n'apparaît pas de cristaux libres de silicium dans la texture fine.

Avec des conditions de refroidissements différentes la structure évolue considérablement. Ainsi pour un refroidissement très rapide (≃ 300°C/s), la texture de l'eutectique et la répartition des dendrites sont très fines (fig.23b), les propriétés mécaniques s'en trouvent améliorées (Hv ≃ 140 kg/mm^2). Par contre pour un refroidissement lent et sans modification, l'eutectique est grossier, fibreux et rayonnant (fig. 23c), la dureté étant de 96 Hv. L'alliage étudié dans le présent travail se trouve entre ces deux conditions extrêmes, les lingots étant coulés en coquille.

Le rôle du sodium sur la structure est l'objet de discussions, son rôle essentiel est de modifier les vitesses, les processus de nucléation et de croissance des lamelles et des globules de l'eutectique. L'espacement de ces dernières étant inversement proportionnel à la surfusion, il est normal que la structure s'affine avec la croissance de la vitesse de refroidissement et vice-versa [39].

La structure des échantillons après rupture en fluage est orientée, les dendrites de solution solide et l'eutectique globulaire se sont déformés parallèlement à l'axe de traction. Une telle orientation est d'ailleurs déjà favorisée par l'opération de filage (fig.23d).

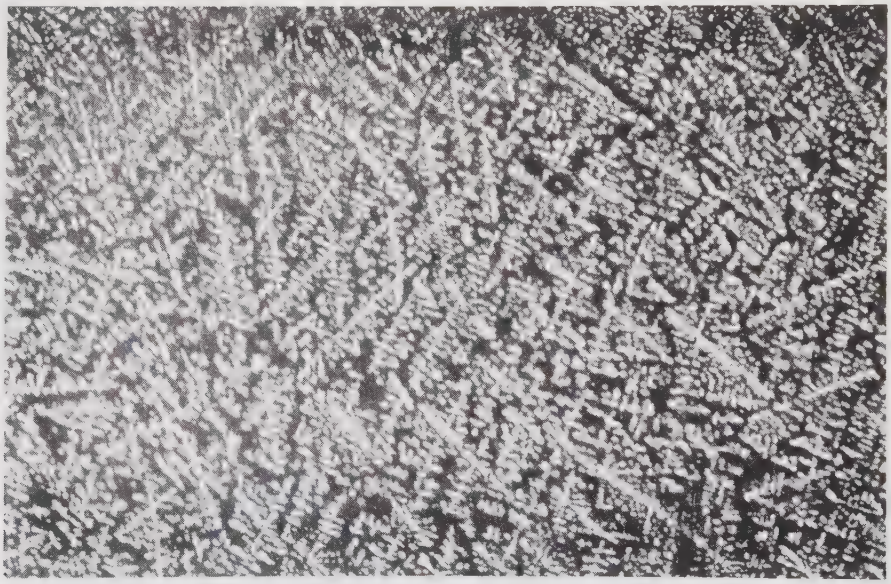


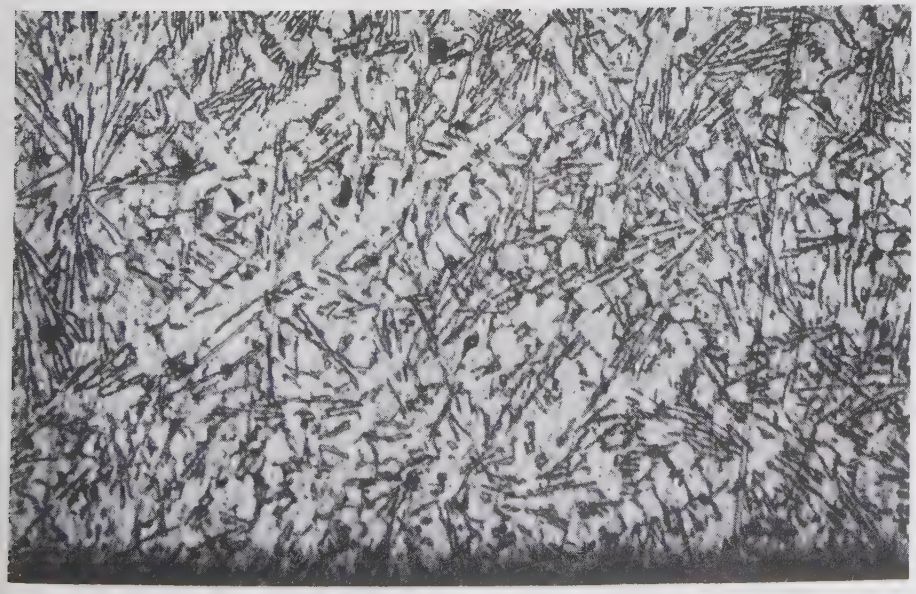
23 a. (x160) $H_V = 85$ Kg/mm^2

Echantillon refroidi en coquille et modifié par le sodium.
— Dendrites blanches de solution solide dispersées dans un fin eutectique gris.

23 b. (x400) $H_V = 140$ Kg/mm^2

Echantillon refroidi très rapidement
On remarque l'extrême finesse de la structure.

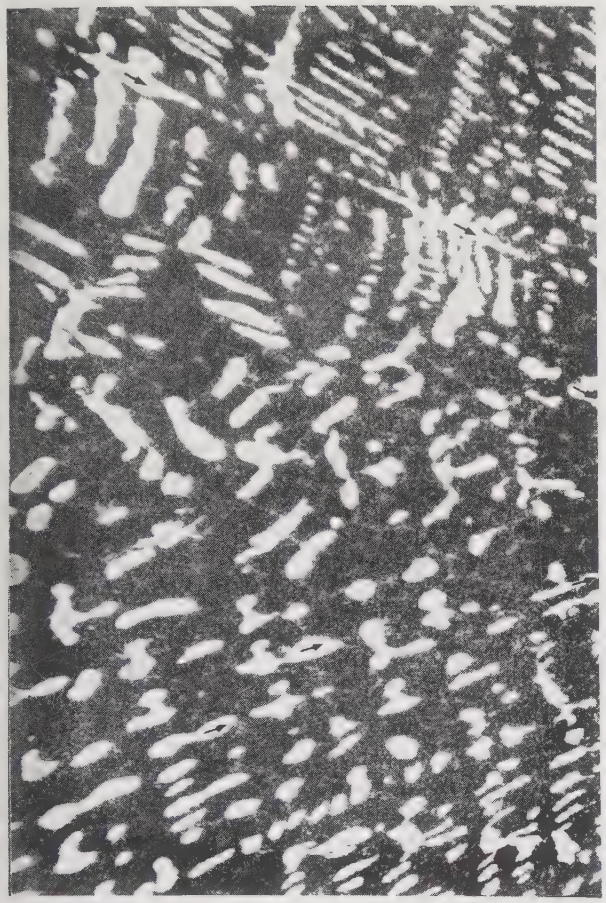




23 c. (x400) $H_V = 96$ Kg/mm^2

Echantillon refroidi lentement sans modification. Les fibres de silicium libres sont noyées dans la solution solide.

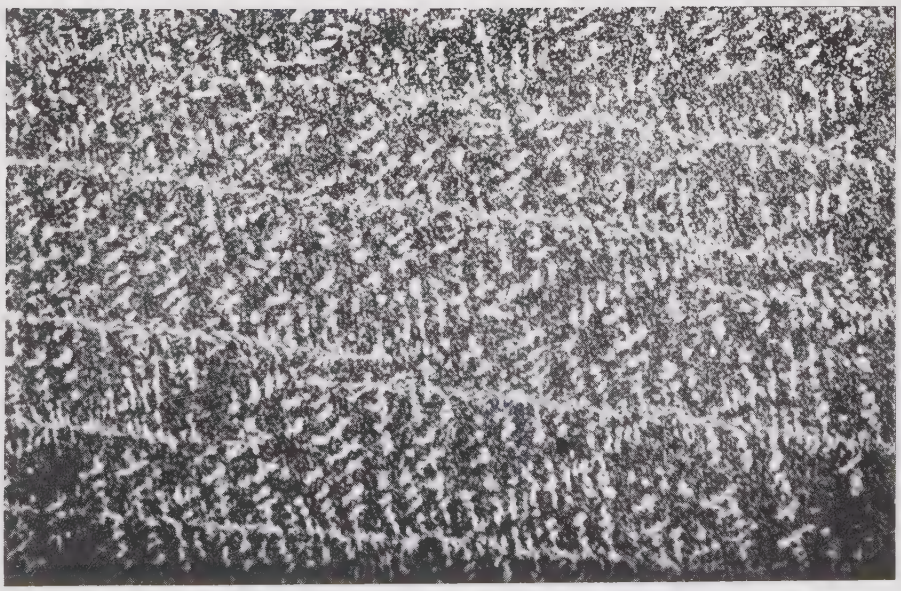
fig. 23



23 d. (x160)

Coupe longitudinale du cône de filage

On remarque l'écoulement du matériau visualisé par les dentrites blanches de solution solide.



23 e. (x400) $H_V = 85$ Kg/mm^2

Coupe transversale

Echantillon refroidi en coquille, modifié par le sodium puis filé. On observe la finesse de la structure ainsi obtenue après filage.

III.1.3- PROPRIETES MECANIQUES.

a) Traction : comparaison des résultats obtenus avec ceux de la littérature.

A notre connaissance peu de résultats relatifs aux propriétés mécaniques à haute température de cet eutectique sont disponibles dans la littérature hormis ceux de Presnyakov et Starikova [36] partiellement reportés fig.19. Ils concernent l'alliage Al Si 11,7 % refroidi rapidement et testé en traction. Des mesures de paramètre de réseau aux RX ont été faites simultanément et les auteurs concluent que pour qu'il y ait superplasticité, il est nécessaire qu'il existe un certain degré de métastabilité dans la structure résultant des conditions rapides de refroidissement.

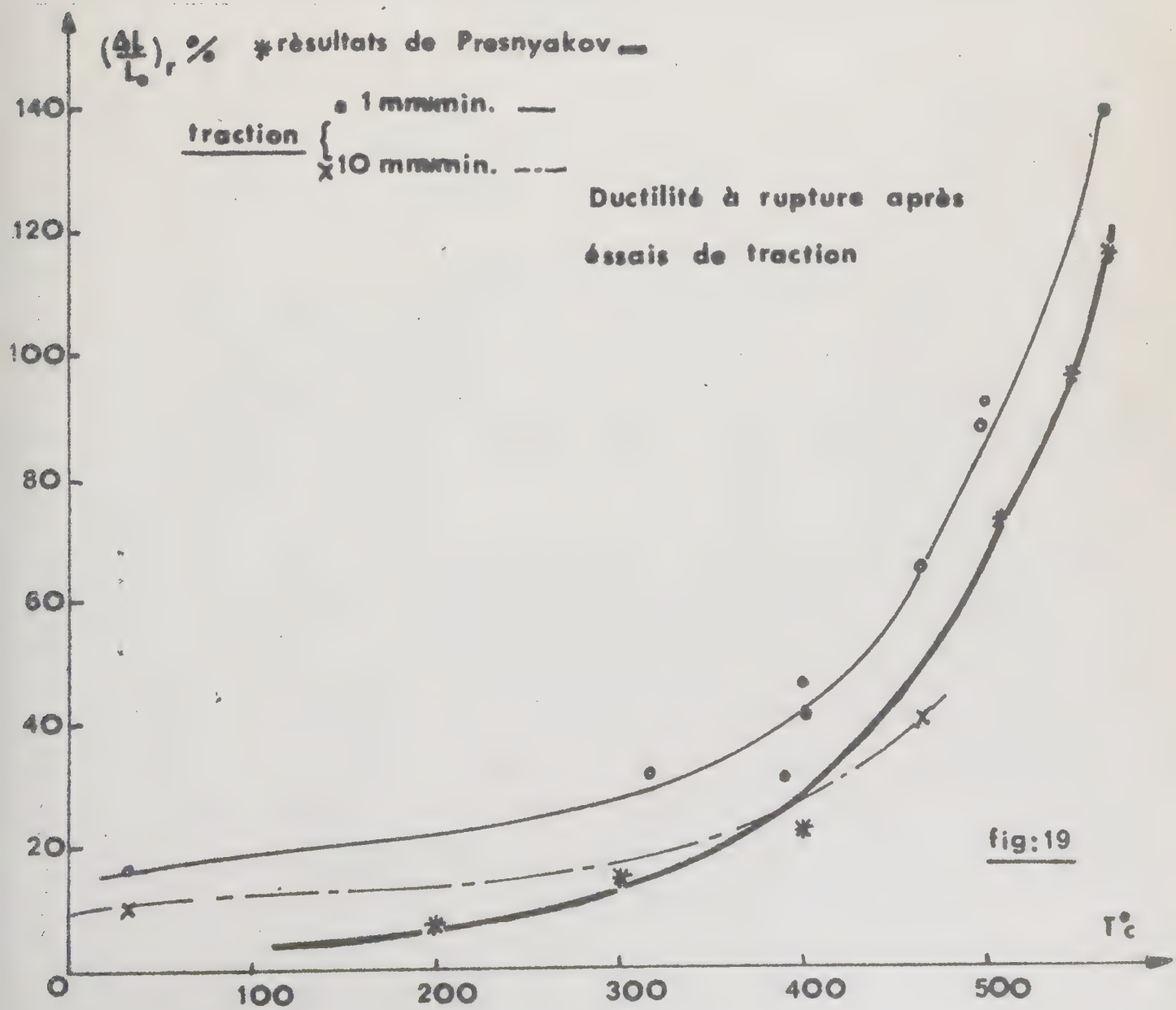


fig:19

Dans un premier temps, nous avons réalisé quelques essais de traction à vitesse linéaire constante (1 mm/min) et à différentes températures en vue d'une estimation de l'évolution de la ductilité à rupture. Les courbes normalisées $\bar{\sigma} = f(\bar{\varepsilon})$ sont données fig.20.

Les caractéristiques à froid (25°C) sont les suivantes:

. fort écrouissage conduisant à une rupture fragile,
. module d'Young de l'ordre de 8000 kg/mm^2 (voir paragraphe suivant)
. limite élastique ≃ 4 kg/mm^2,
. contrainte maximum ≃ 20 kg/mm^2,
. contrainte à la rupture ≃ 17 kg/mm^2,
. allongement à la rupture ≃ 16 %.

Pour les températures élevées, l'écrouissage est réduit et l'écoulement se produit sous contrainte à peu près constante (déformation par fluage).

La ductilité à rupture en fonction de la température est représentée figure 19 et l'allure générale de la courbe est identique à celle reportée par Presnyakov et coll. Le fait que nos résultats soient légèrement supérieurs est un effet de la vitesse de traction sur la restauration. En effet, avec une vitesse linéaire supérieure (fig.19) ou une vitesse de déformation rationnelle constante, la ductilité est plus faible.

D'après la définition de la superplasticité (chap.1) introduite par cette même école Russe, l'alliage a un comportement faiblement superplastique, la ductilité atteignant 140 % pour 572°C.

b) <u>Mesure et variation du module d'Young avec la température.</u>

La machine de traction n'ayant pas une raideur K_m très grande par rapport à celle des éprouvettes utilisées $K_e = \frac{ES_o}{L_o}$, les mesures de module déterminées directement sur les courbes effort-déformation sont erronées, (la raideur équivalente est :

$$K = \left(\frac{K_e}{1 + \frac{K_e}{K_m}}\right) .$$

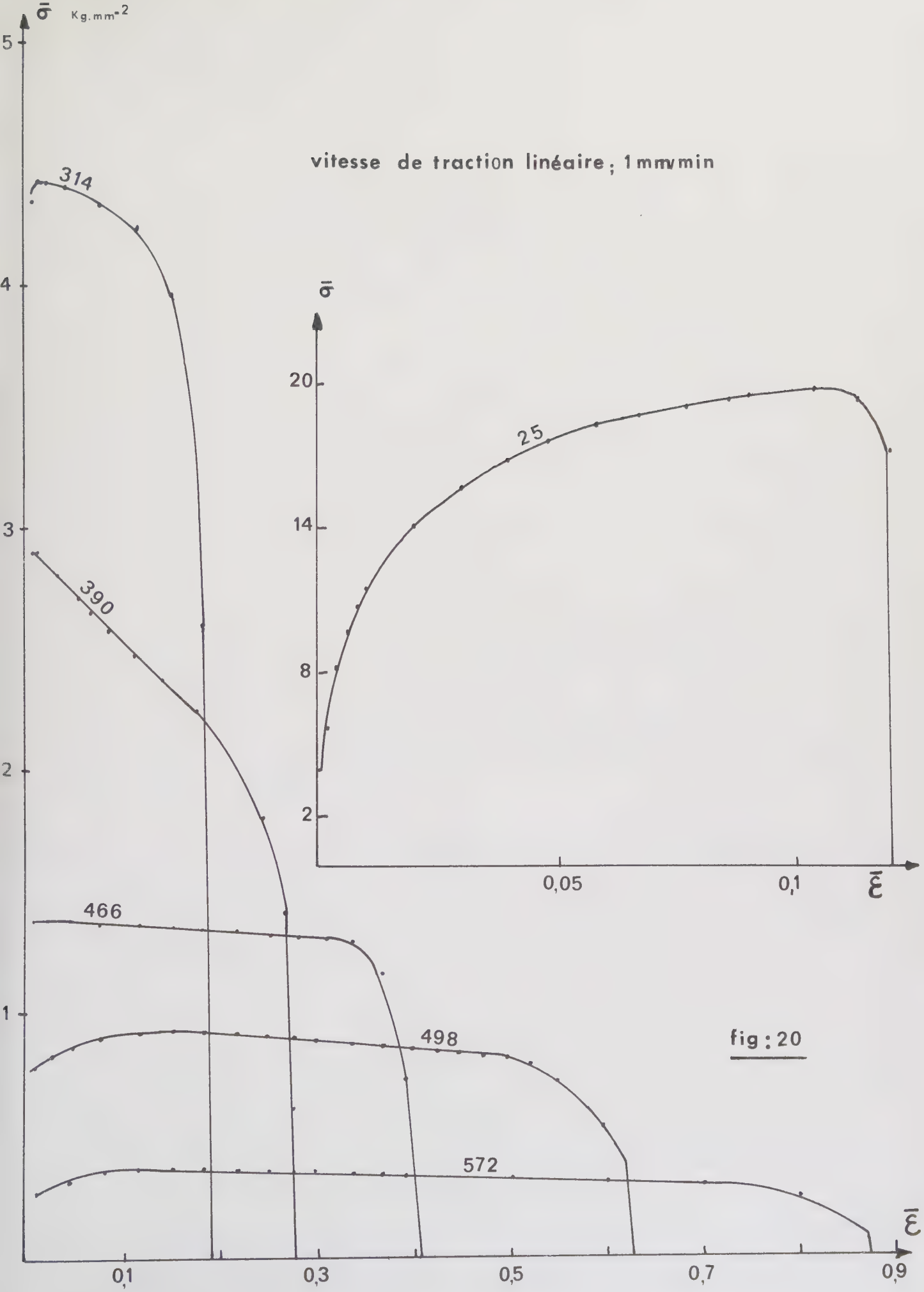

σ̄ Kg.mm⁻²
vitesse de traction linéaire ; 1 mm/min
314
390
466
498
572
5
4
3
2
1
0,1
0,3
0,5
0,7
0,9
ε̄
σ̄
20
14
8
2
25
0,05
0,1
ε̄

fig : 20

Nous déterminons le module par des essais dynamiques (vibrations transversales d'un barreau monté libre-libre sur deux fils de suspension). La mesure de la fréquence de résonance et plus particulièrement celle du mode fondamental nous permet de déterminer le module et le coefficient de qualité $Q^{-1} = (\frac{\bar{\Delta}\omega}{\omega_r})$. Les conditions aux limites "libre-libre" imposent les pulsations propres $\omega_n = \frac{\lambda_n^2}{L^2}\sqrt{\frac{E.I}{\rho S}}$ (54) ;

$I = \frac{e^3 h}{12}$ étant l'inertie d'une section droite. Pour le premier mode $\lambda_1 = 4,73$ et les noeuds de vibration où se situent les suspensions sont à 0,22 L des extrémités.

L'excitation et la détection se font de manière capacitive.

En travaillant à 10^{-5} torr, on supprime les pertes mécaniques dues au frottement de l'air, l'oxydation de l'échantillon et les décharges électriques dues à la haute tension de polarisation.

La résonance à l'ambiante se produit à f = 474,7 Hz, le module est donc 7950 kg/mm^2 alors qu'en traction sa valeur apparente n'est que de 5000 kg/mm^2.

La décroissance continue du module avec la température est tracée figure 21. On remarque qu'à quelques degrés du point de fusion, le module est toujours de 4500 kg/mm^2, ce qui pourrait être imputable au renforcement de la matrice d'aluminium par le silicium.

Le coefficient de qualité Q^{-1} donc le frottement interne δ ($Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi}$) est déterminé, soit par la largeur de bande à mi-hauteur en oscillations forcées $Q^{-1} = (\frac{\Delta\omega}{\omega_r})_{3db}$, soit à l'aide de la décroissance libre des oscillations, en mesurant le temps nécessaire pour passer de l'amplitude maximum à l'amplitude moitié : $Q^{-1} = \frac{1}{4,53\ ft}$.

Q^{-1} croit uniformément de $0,53.10^{-3}$ pour 25°C à $105\ 10^{-3}$ pour 550°C avec la décroissance du module et montre que l'amortissement augmente de façon importante à partir de 400°C, le matériau devenant visqueux.

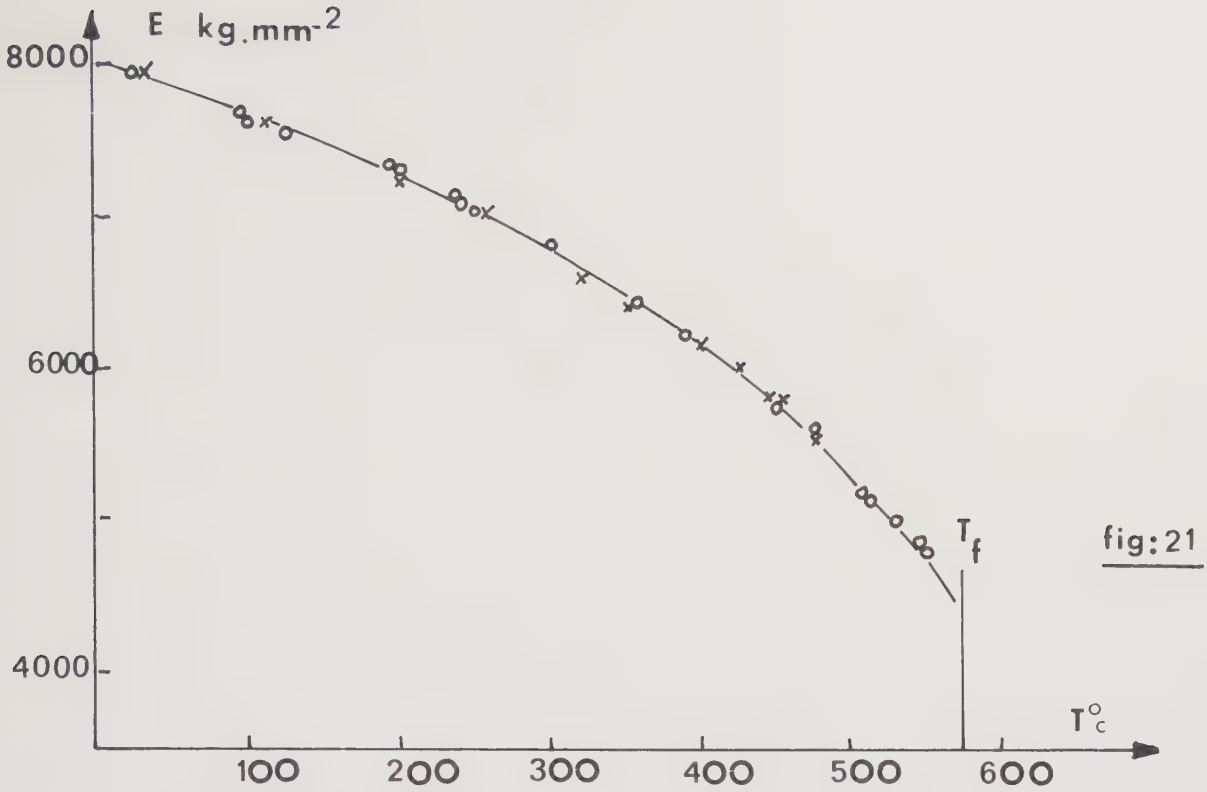


fig:21

VARIATION DU MODULE DE YOUNG AVC LA TEMPERATURE

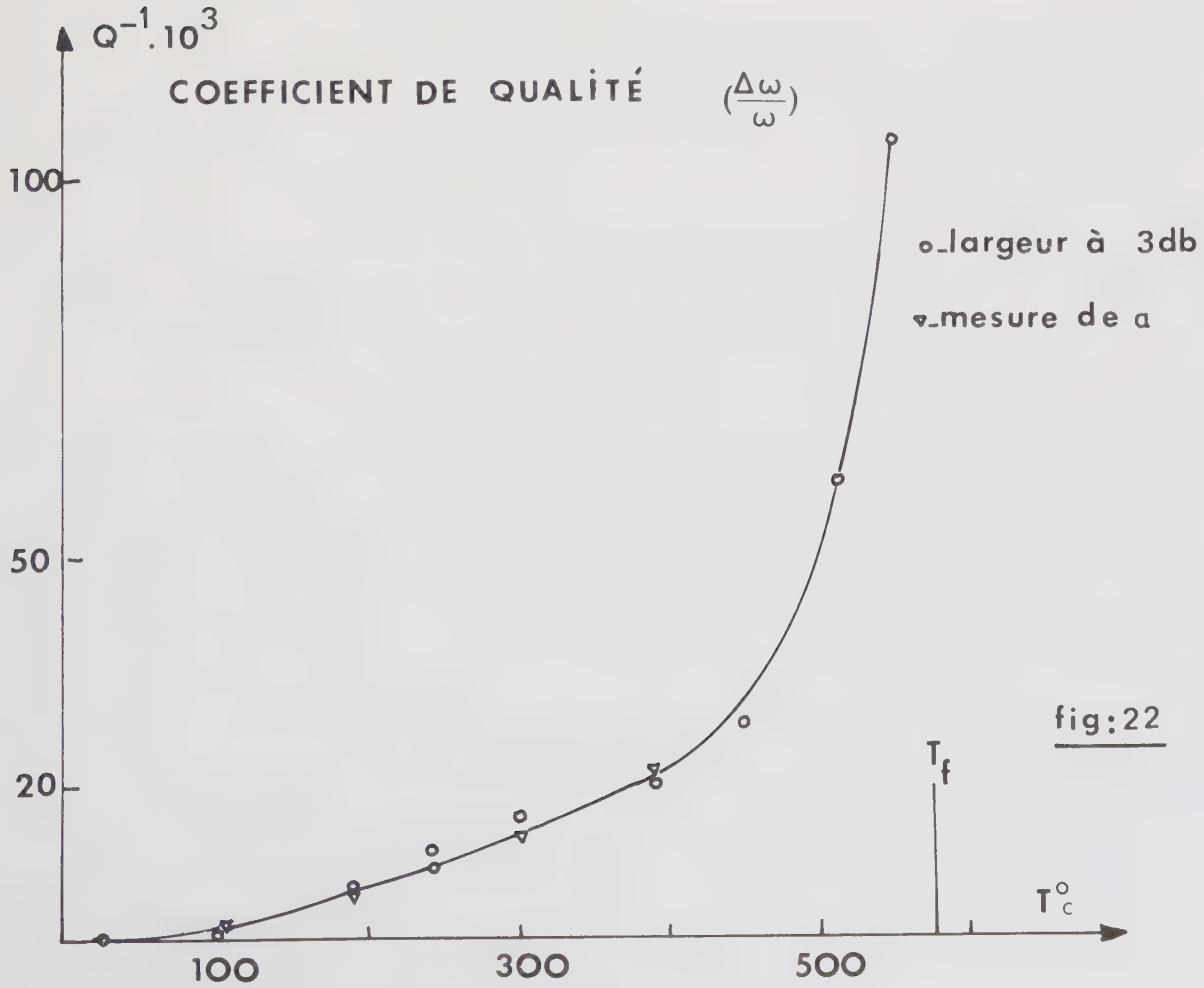


fig:22

III.2 - ESSAIS DE FLUAGE.

III.2.1 - ASPECT DES COURBES (fig.24 et 25)

Les courbes représentatives de la déformation vraie en fonction du temps $\bar{\varepsilon} = f(t)$ sont, soit construites à partir des enregistrements $\Delta l = f(t)$, soit obtenues directement à l'aide du montage étalonné décrit au paragraphe II.2.3.

La gamme de température pour l'ensemble des essais réalisés en fluage s'étend de 475°C à 575°C, avec une dynamique d'une décade sur la contrainte (0,2 à 2 kg/mm^2).

Quelques courbes obtenues pour différentes températures et contraintes, sont reportées figures 24 et 25 et certaines similitudes apparaissent dans leur allure générale :

- à forte contrainte (fig.24), quelle que soit la température, le primaire (Zone 1) est inexistant, le domaine secondaire caractérisé par une vitesse de déformation rationnelle rigoureusement constante ε°_{S} se définit aisément (zone II), alors que le tertiaire (zone III) signalant le début de la striction et conduisant à la rupture est assez important,

- à faible contrainte (fig.25), la phase primaire se développe assez longuement. Le fluage stationnaire est très bien défini et le fluage tertiaire est plus faible qu'aux fortes contraintes.

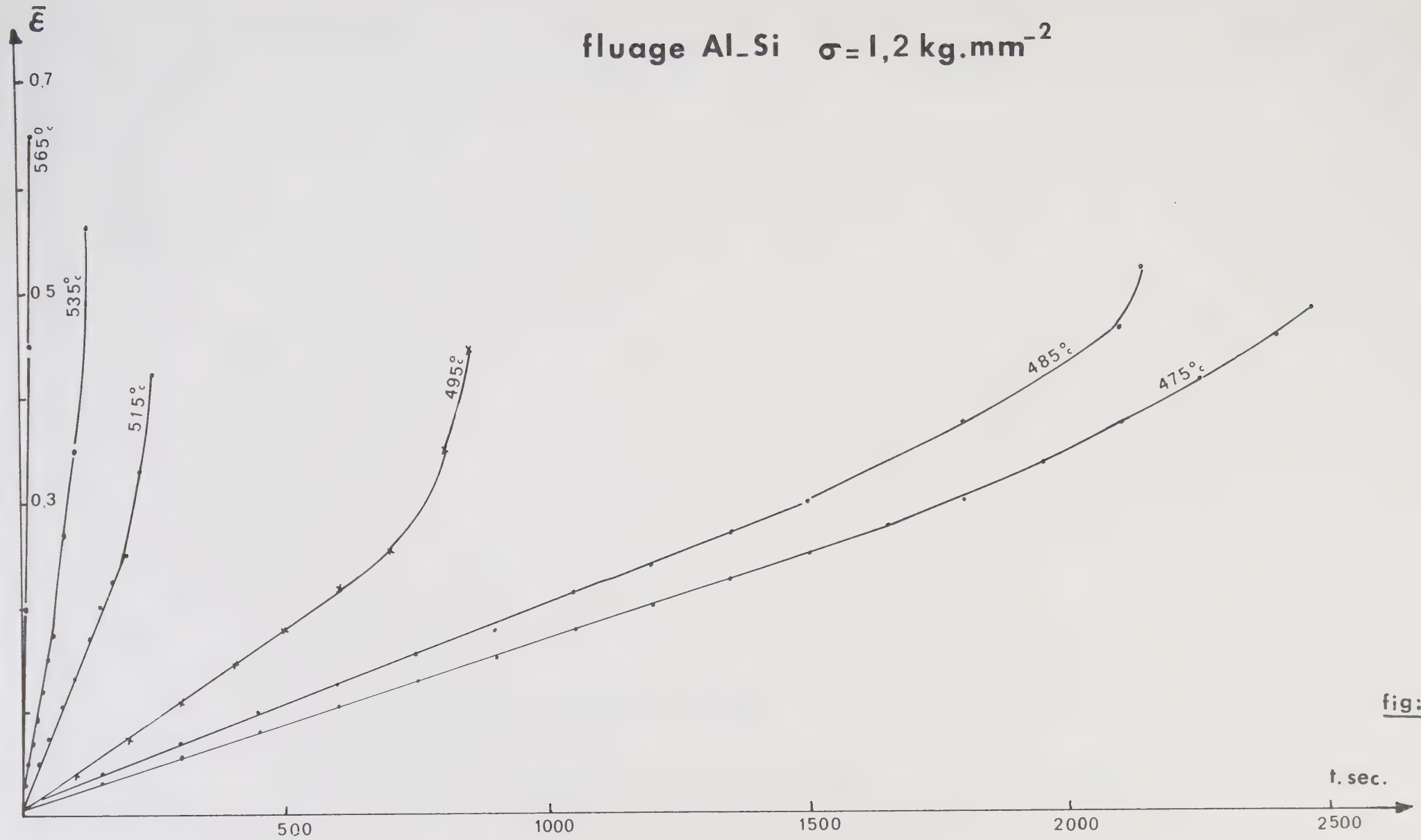

fluage Al_Si σ = 1,2 kg.mm⁻²
ε̄
0,7
0,5
0,3
565°c
535°c
515°c
495°c
485°c
475°c
t. sec.
500
1000
1500
2000
2500

fig: 24

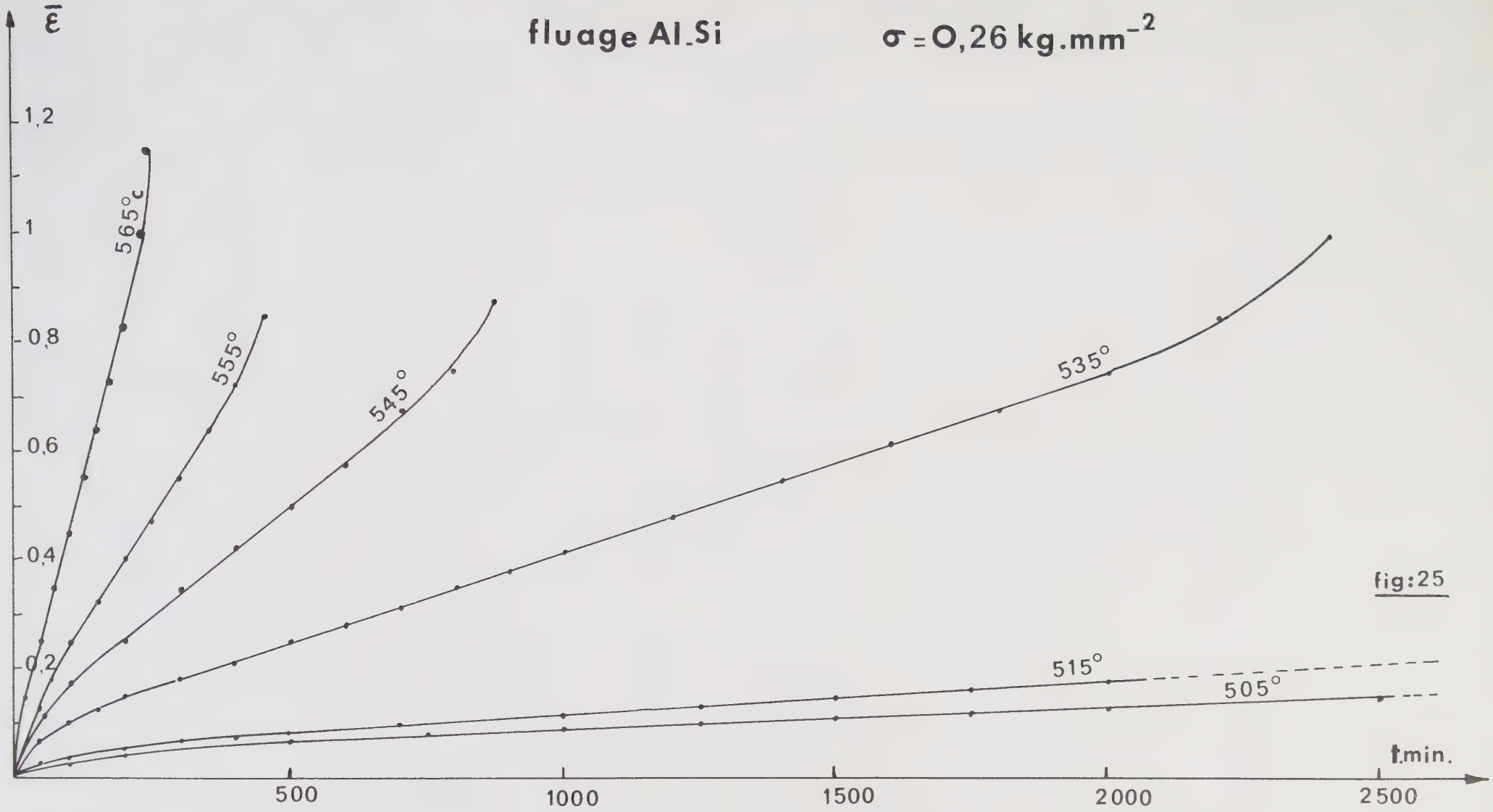

fluage Al.Si
σ = 0,26 kg.mm⁻²
ε̄
1,2
1
0,8
0,6
0,4
0,2
565°c
555°
545°
535°
515°
505°
t.min.
500
1000
1500
2000
2500

fig:25

Les vitesses stationnaires obtenues pour différentes températures et contraintes permettent de caractériser le comportement du matériau en fonction de ces paramètres d'essais.

III.2.2 - EQUATION ANALYTIQUE DES COURBES.

Lorsque le fluage primaire est inexistant, c'est-à-dire pour les contraintes $\geqslant$ o,8 kg/mm^2 et les températures les plus élevées, l'équation des courbes est de la forme :

$$\varepsilon = \varepsilon_o + Xt \text{ (fig.24) ou } X = \varepsilon^o_S .$$

Par contre pour les faibles contraintes, le primaire semble être du type β ou parabolique en accord avec l'équation (2). L'exposant α est de l'ordre de 1/2 et la variation de β^2 en fonction de la température est déterminée par la pente des droites $\varepsilon^2 = f(t)_T$ (fig.26), lorsque l'on élimine la déformation élastique.

L'équation de la déformation s'écrit donc :

$$\varepsilon = \varepsilon_o + \beta t^{1/2} + Xt \qquad (55)$$

La grandeur β semble thermiquement activée ($\beta = \beta_o \exp - \frac{\Delta H_\beta}{kT}$) (fig.27) et le rapport entre son énergie d'activation apparente ΔH_β et celle du secondaire ΔH_X est de l'ordre de α ($\frac{\Delta H_\beta}{\Delta H_x} = \alpha = 0,5$). Celà entraine que $\beta \simeq \varepsilon^o_S{}^{\alpha} \simeq \sqrt{\varepsilon^o_S}$ dans notre cas et permet à l'équation (55) d'être homogène.

Des résultats similaires ont été reportés par Garofalo [1] et Friedel [41], cependant leur signification profonde est peu claire.

Il nous semble cependant normal de retrouver certains paramètres du secondaire dans le primaire. En effet l'ensemble d'une courbe de fluage forme un tout, qui correspond à une suite logique d'évènements microscopiques sans aucune discontinuité. Pour des conditions thermodyna-

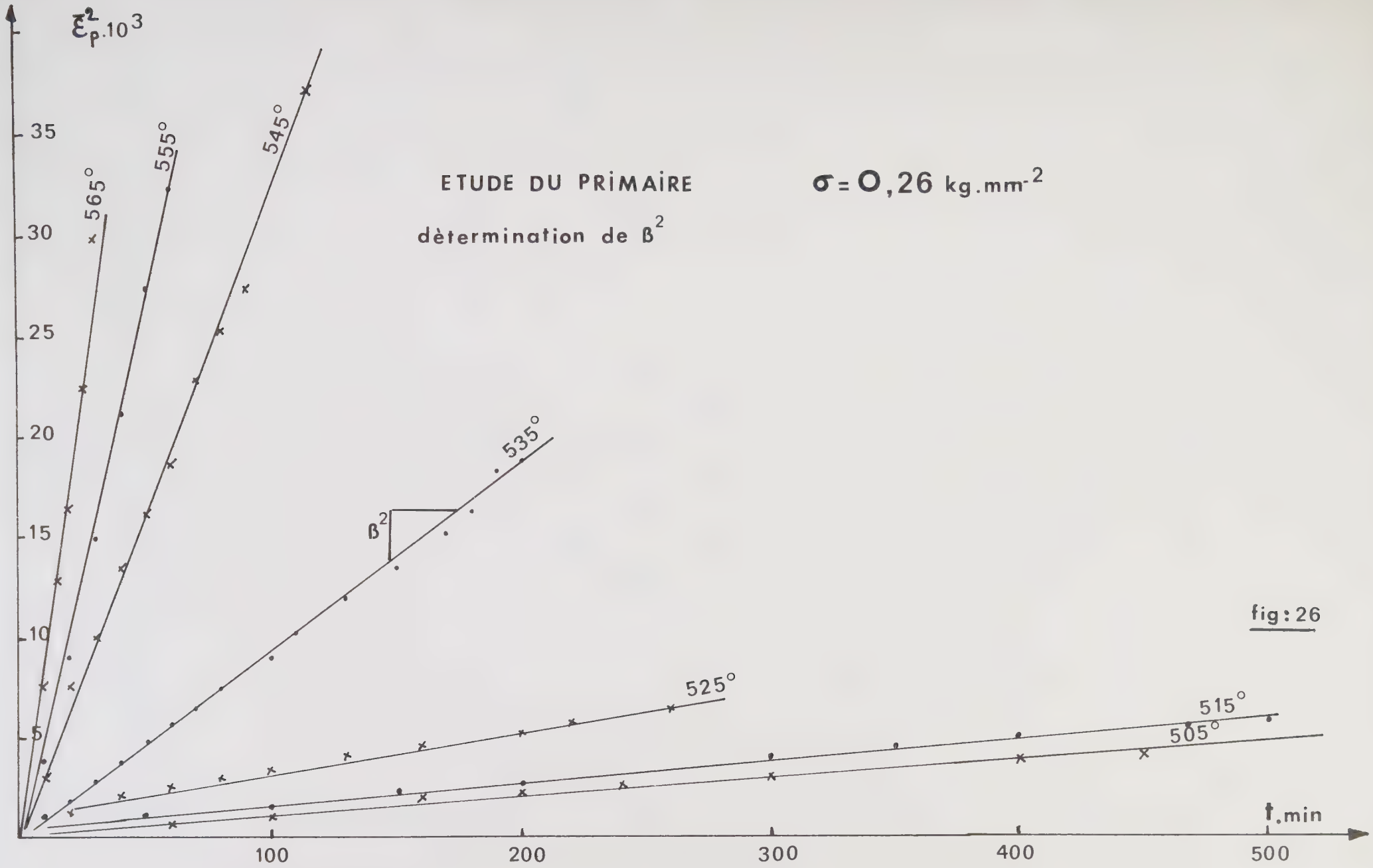

$\bar{\varepsilon}_p^2 . 10^3$
35
30
25
20
15
10
5
565°
555°
545°
535°
525°
515°
505°
β^2
ETUDE DU PRIMAIRE
dètermination de β^2
$\sigma = 0,26$ kg.mm^{-2}
t.min
100
200
300
400
500

fig : 26

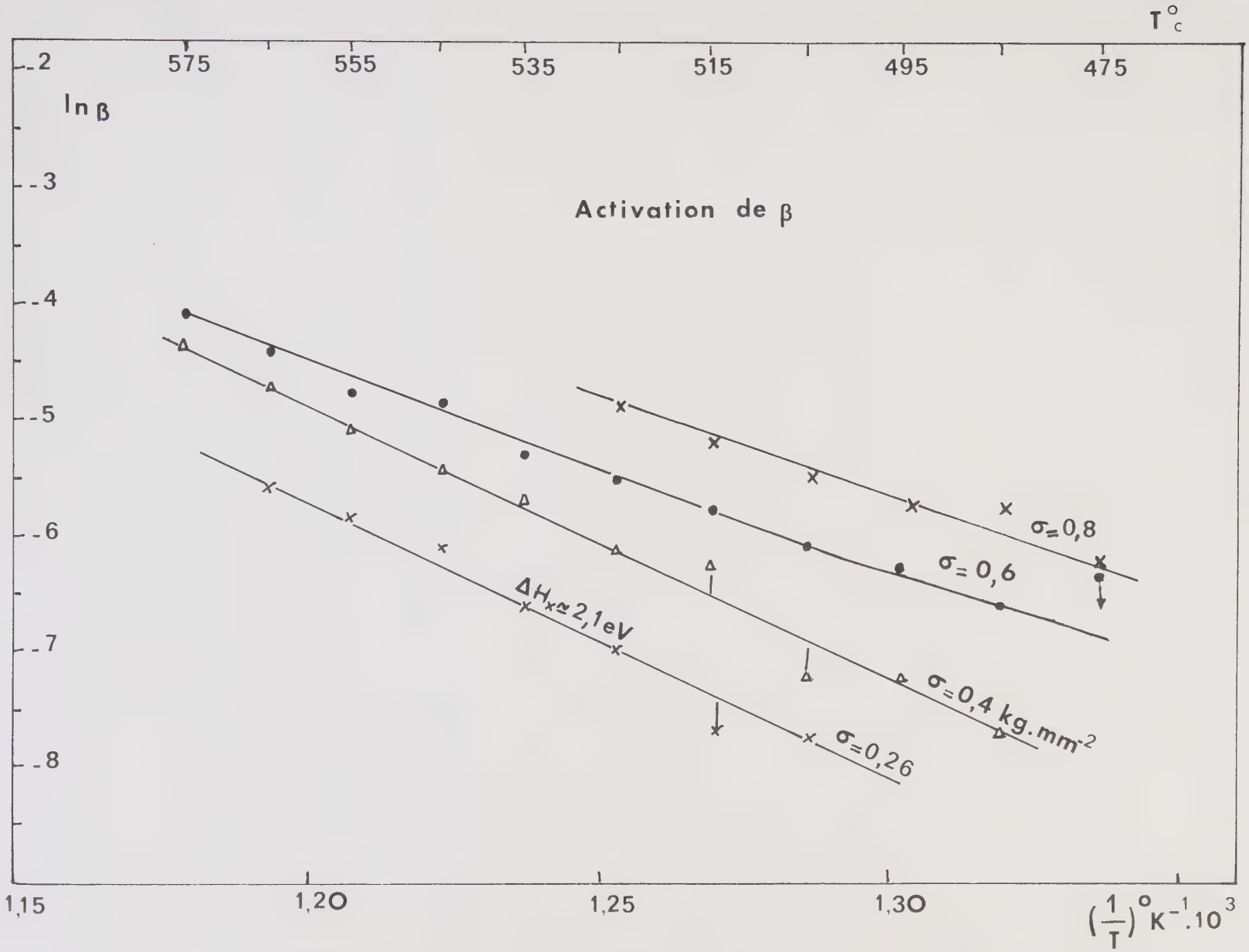

T °c
575
555
535
515
495
475
ln β
-2
-3
-4
-5
-6
-7
-8
Activation de β
σ=0,8
σ= 0,6
σ=0,4 kg.mm-2
σ=0,26
ΔHx≈2,1eV
1,15
1,20
1,25
1,30
(1/T) °K-1.10³

fig: 27

miques données, les processus gouvernant la vitesse de déformation sont les mêmes du début de l'allongement jusqu'à la formation de la striction, seuls les paramètres microstructuraux, tels que densité, libre parcours moyen des dislocations et structure de cellule (...), évoluent durant le primaire, pour atteindre une configuration stable avant d'entrer dans la phase suivante. Si la vitesse de fluage secondaire intervient, il est nécessaire que ce soit à la puissance α pour respecter l'homogénéité des formules.

Pour $\alpha = \frac{1}{3}$ on trouve bien $\frac{\Delta H_\beta}{\Delta H_X} = 1/3$ [41].

III.2.3 - INFLUENCE DES DIVERS PARAMETRES SUR LA VITESSE DE FLUAGE STATIONNAIRE : $\varepsilon^\circ_S = f(\sigma, T, S)$.

a) <u>Influence de la contrainte appliquée σ</u>

Pour mettre en évidence l'influence de la contrainte appliquée sur la vitesse stationnaire ε°_S, on utilise le paramètre $m = \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\, \varepsilon^\circ_S}{\partial \mathrm{Ln}\sigma}\right)_T$ (40a) déduit de l'équation d'état (38a). Tout écart à la loi $\varepsilon^\circ = \alpha\sigma^m$ (9) pour une même température donne une variation dans la valeur de m.

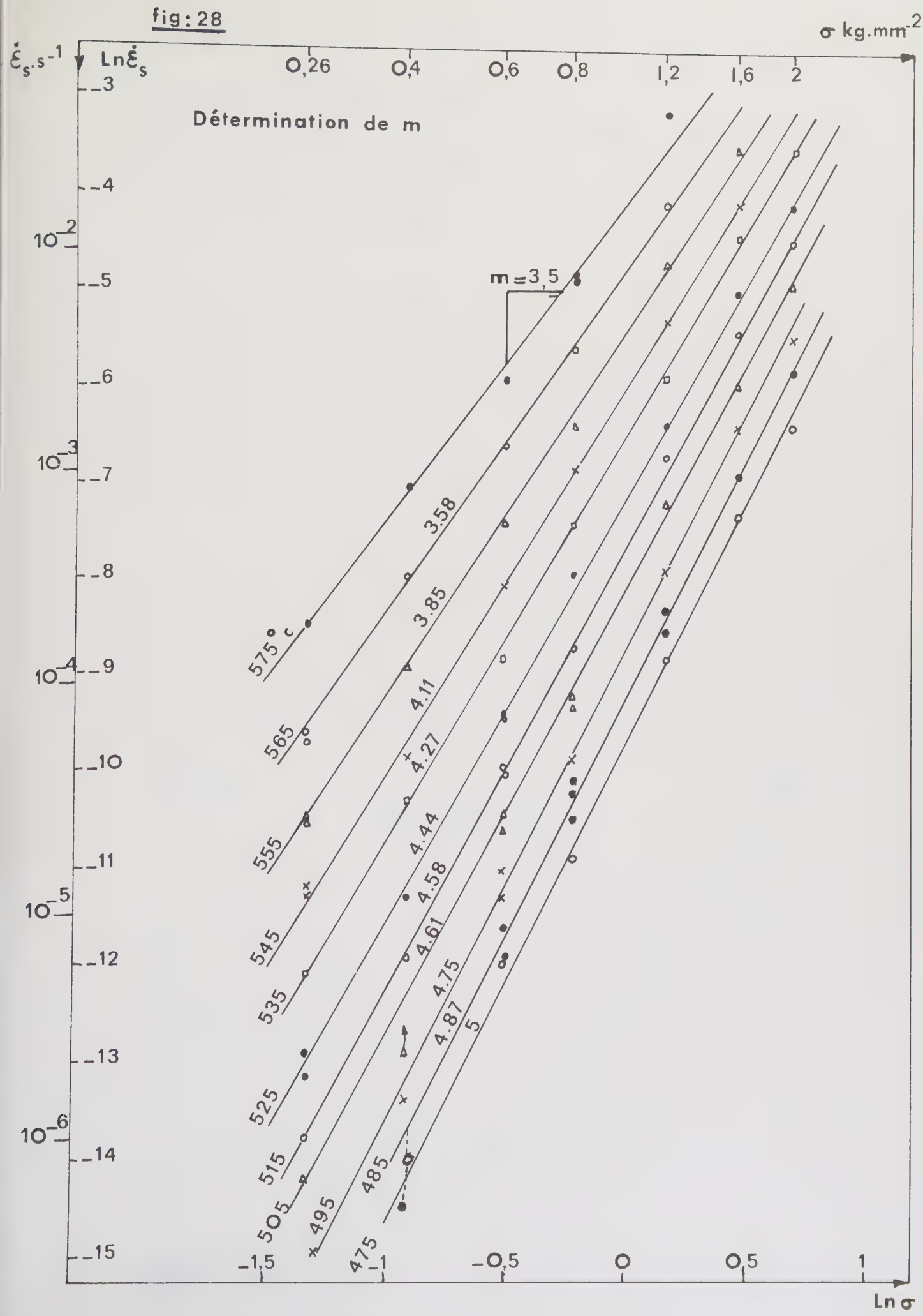
Il a parfois été reporté une dépendance en $(\mathrm{sh}\ \alpha\sigma)^m$ ce qui permet de n'obtenir qu'une seule sensibilité [1] [3]

Cette dépendance se réduit à la loi monomiale précédente aux contraintes faibles et moyennes.

A haute température ($T > 0{,}7\ T_F$), m est compris entre : 4 et 6 pour les métaux purs, 2 et 4 pour les alliages, 1 et 2 pour les métaux et alliages dans l'état superplastique.

Les valeurs du coefficient m sont obtenues graphiquement à partir du réseau de courbes $\ln\varepsilon^\circ_S = f(\ln\sigma)_{T=cte}$ représenté sur la figure 28. Nous remarquons que la linéarité est assez bien respectée

fig : 28


σ kg.mm-2
ε̇s.s-1
Lnε̇s
0,26
0,4
0,6
0,8
1,2
1,6
2
Détermination de m
m = 3,5
3.58
3.85
4.11
4.27
4.44
4.58
4.61
4.75
4.87
5
575
565
555
545
535
525
515
505
495
485
475
-1,5
-1
-0,5
0
0,5
1
Ln σ

du moins pour les températures les plus élevées et les contraintes supérieures à 0,4 kg/mm^2, les valeurs de m correspondent donc aux pentes des droites. Pour les plus faibles températures et contraintes la sensibilité a tendance à légèrement augmenter. Nous reviendrons sur ce phénomène lors du dépouillement des essais de relaxation.

Le coefficient m croit régulièrement de 3,5 pour 575°C à 5 pour 475°C. Nous avons vérifié que cette variation ne provient pas de la dépendance des constantes élastiques avec la température (E = f(T)) (fig.21), comme dans le Fe 3 % Si [42], en traçant les courbes rationnalisées $\ln\varepsilon^{\circ}_{S} = f(\ln \frac{\sigma}{E})_T$ (fig.29). Les valeurs obtenues correspondent exactement aux précédentes, les variations subsistent et peuvent provenir d'une évolution des mécanismes de déformation. Nous discuterons cette hypothèse dans un paragraphe ultérieur (III.2.3.d).

L'exposant $n = \frac{1}{m}$, sensibilité de la contrainte à la vitesse, caractérise la viscosité du matériau et la stabilité de l'écoulement plastique [27]. Malgré l'augmentation régulière de ce paramètre avec la température (fig.30), la valeur maximum atteinte (≃ 0,3) est trop faible pour que le matériau présente un caractère superplastique (n ⩾ 0,5), ce qui confirme les résultats préliminaires obtenus sur la ductilité en traction.

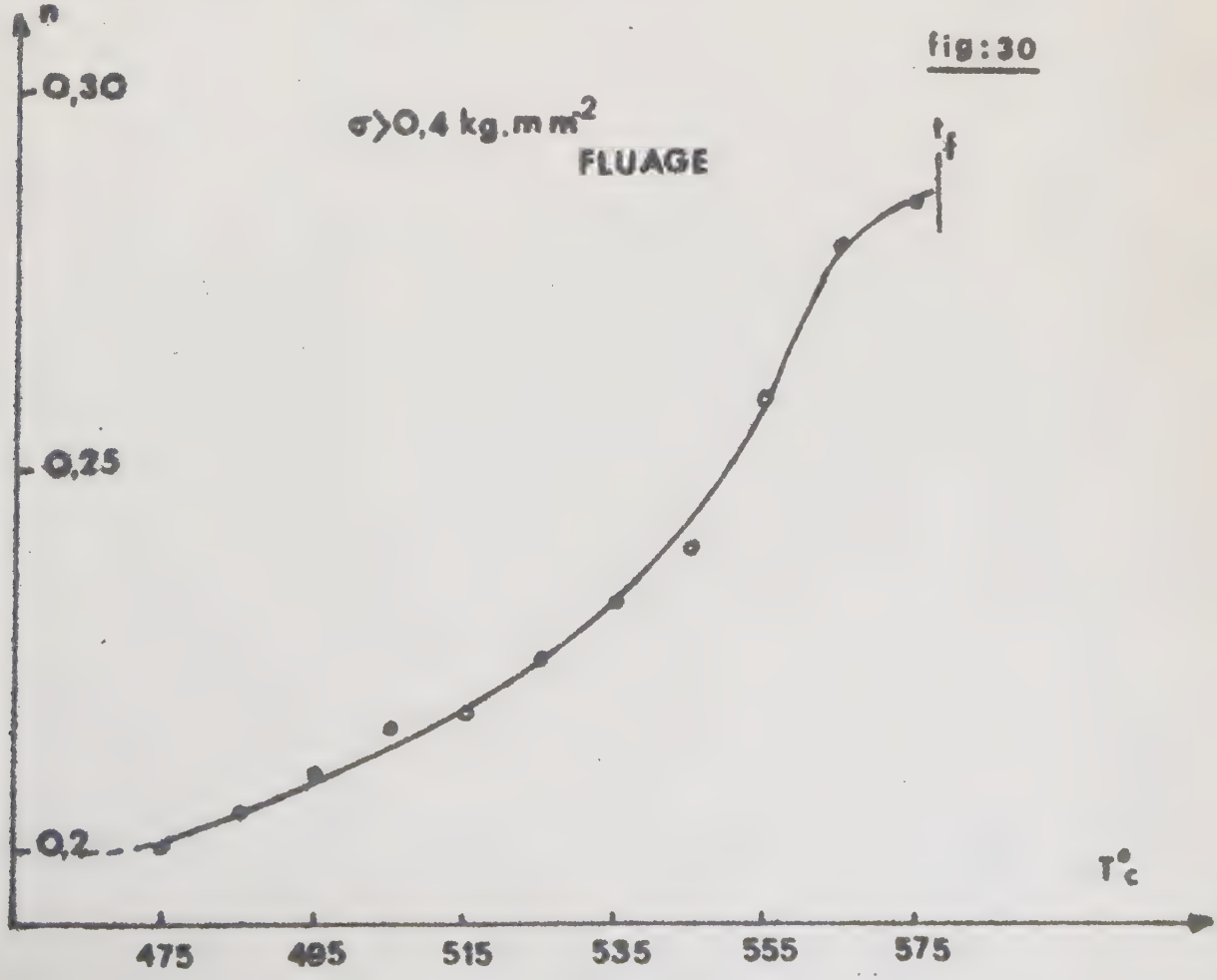
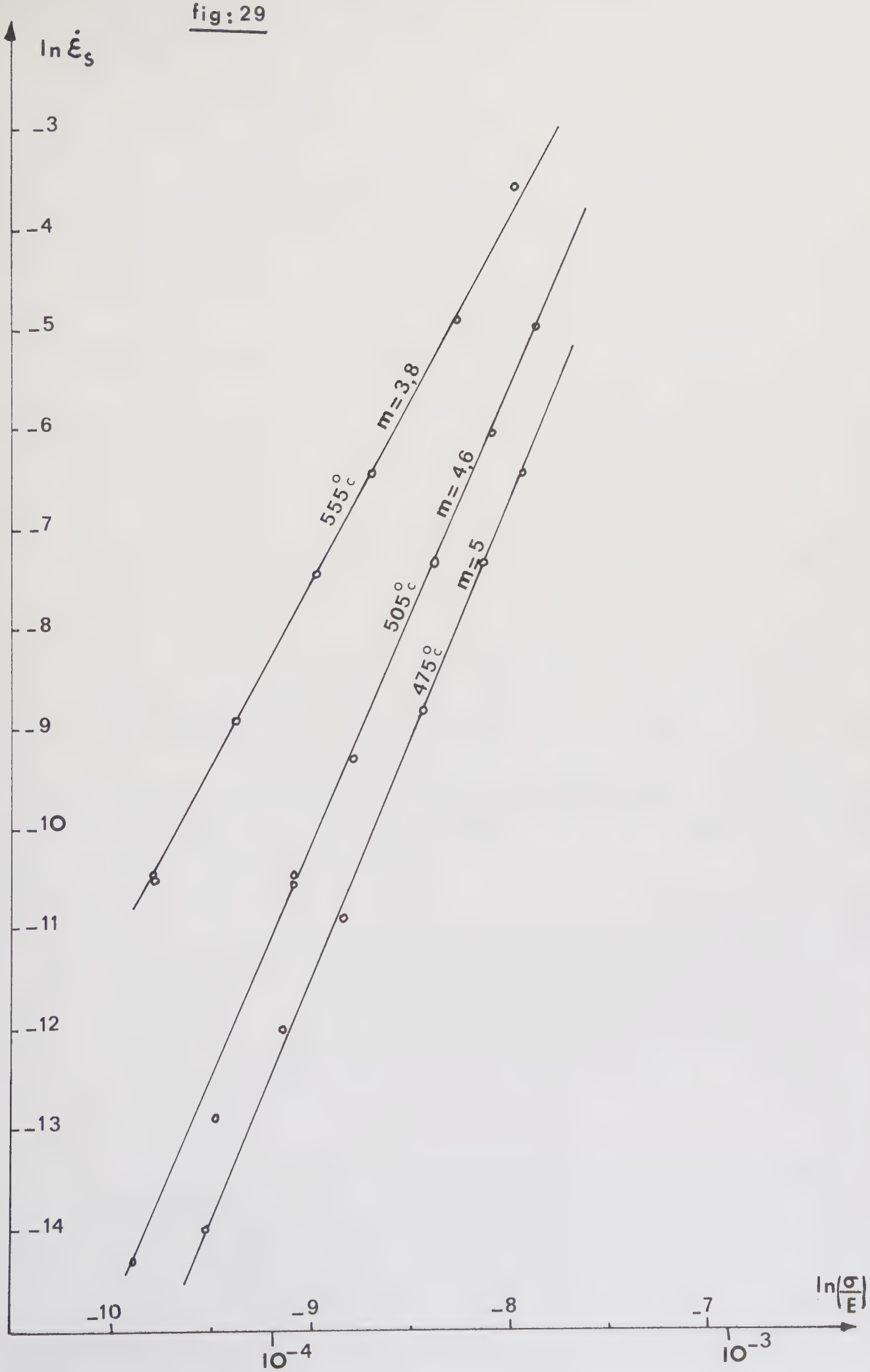


fig:30

fig : 29


ln $\dot{\varepsilon}_s$
-3
-4
-5
-6
-7
-8
-9
-10
-11
-12
-13
-14
m = 3,8
555°c
m = 4,6
505°c
m = 5
475°c
ln(σ/E)
-10
-9
-8
-7
10^{-4}
10^{-3}

On note l'analogie entre les courbes $n = f(T)$, $(\frac{\Delta l}{l_o})_r = f(T)$ et $Q^{-1} = f(T)$ (fig.19, 30 et 22), ces trois grandeurs étant caractéristiques de la viscosité de l'écoulement.

b) Influence de la température T

Le fluage étant un phénomène thermiquement activé (I.1.4), il est possible de déterminer une ou plusieurs énergie d'activation apparente $Q = (\frac{\partial \ln \varepsilon^o_S}{\partial - \frac{1}{kT}})_\sigma$ (39a) en traçant le diagramme d'Arrhénius $\ln \varepsilon^o_S = f\,(\frac{1}{T})_\sigma$ pour chaque contrainte. Si le paramètre Q a une signification réelle, il doit s'apparenter à l'enthalpie ΔH d'un processus microscopique.

L'ensemble des déterminations est reporté figure 31. L'allure générale des courbes n'est pas linéaire sur tout le domaine de température et varie avec la contrainte.

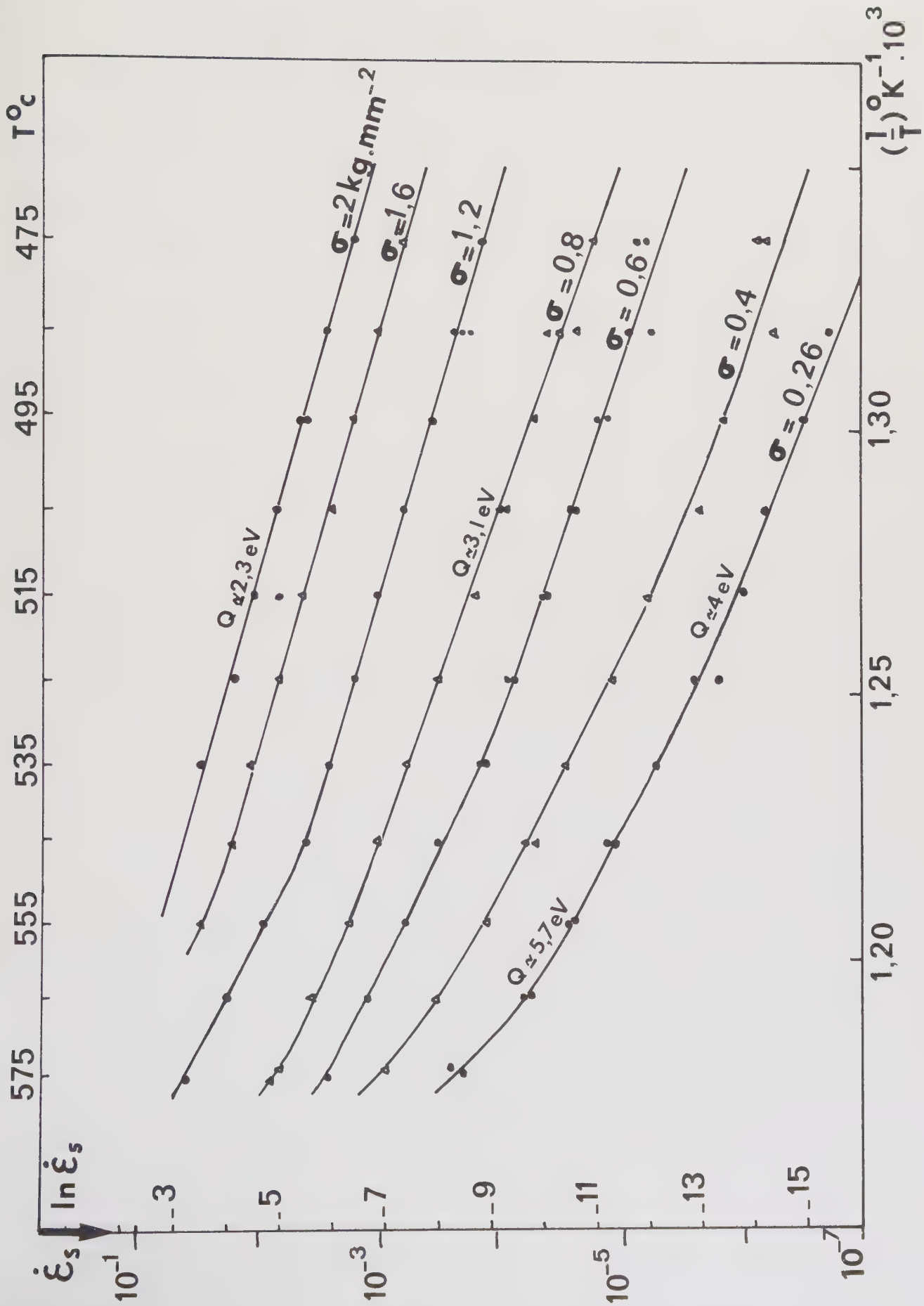
La concavité augmente d'une part lorsque la température croît et d'autre part lorsque la contrainte décroît. Dans les zones non linéaires, on ne peut donc déterminer une énergie apparente qu'à contrainte et température constantes.

Pour les fortes contraintes (2 kg/mm^2) la valeur de Q est unique et vaut 2,3 eV, (53 Kcal/mole), alors que pour les faibles contraintes (0,26 kg/mm^2), elle varie de 3,9 à 5,7 eV. Cette variation continue est en accord avec celle du paramètre m (les droites obtenues lors de la détermination de m divergent à faibles contraintes) et tend de nouveau à prouver qu'on assiste à un changement dans les mécanismes de déformation.

La plus faible des valeurs obtenues est supérieure à celle de la diffusion du silicium dans la solution solide riche en aluminium à 1,7 % de Si, qui est de l'ordre de 1,95 eV [52]. Les valeurs élevées peuvent apparemment s'expliquer dans un premier temps, sous réserve

fig : 31

Détermination de l'énergie d'activation apparente ; Q



d'une signification réelle de cette énergie apparente Q, par la présence de la phase riche en silicium ; l'énergie d'autodiffusion du silicium est de l'ordre de 3 eV [44], et la glissement des dislocations dans la structure covalente du silicium requiert une énergie voisine de 2 à 2,5 eV [43]. Nous reviendrons ultérieurement sur ces hypothèses.

c) Influence des traitements thermomécaniques.

Nous avons mis en évidence l'influence de l'opération de filage sur la vitesse d'écoulement du matériau pour une contrainte donnée, en comparant trois états différents provenant d'un même type de refroidissement :

- éprouvettes non filées, brutes de fonderie (celles-ci ont été usinées dans la masse),
- éprouvettes obtenues après filage à 450°C,
- éprouvettes recuites 30 heures à 540°C après filage.

Les courbes d'Arrhénius ainsi obtenues (fig.32) ont sensiblement les mêmes allures, les pentes sont voisines et comme de plus le paramètre de sensibilité m pour des échantillons non filés est identique à celui déterminé précédemment pour la même température (fig.33), nous pouvons conclure que les mécanismes de déformation doivent être proches. Cependant, on observe qu'il existe un rapport de 3,5 environ entre les vitesses de fluage des deux premiers états, qui ne peut être attribué qu'au filage, jouant d'une part sur la structure et d'autre part sur l'écrouissage de l'alliage. L'étude comparative des métallographies transversales 23e et 23a montre que le filage oriente et affine les dendrites de solution solide tout en dispersant les globules et les quelques fibres de l'eutectique. Nous avons également reporté sur la figure 23d une coupe longitudinale du cône de filage montrant clairement l'effet d'orientation créé par l'écoulement du métal dans la filière. Le filage semble améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage, sa résistance au fluage est accrue et sa ductilité à rupture multipliée par 1,3 environ.

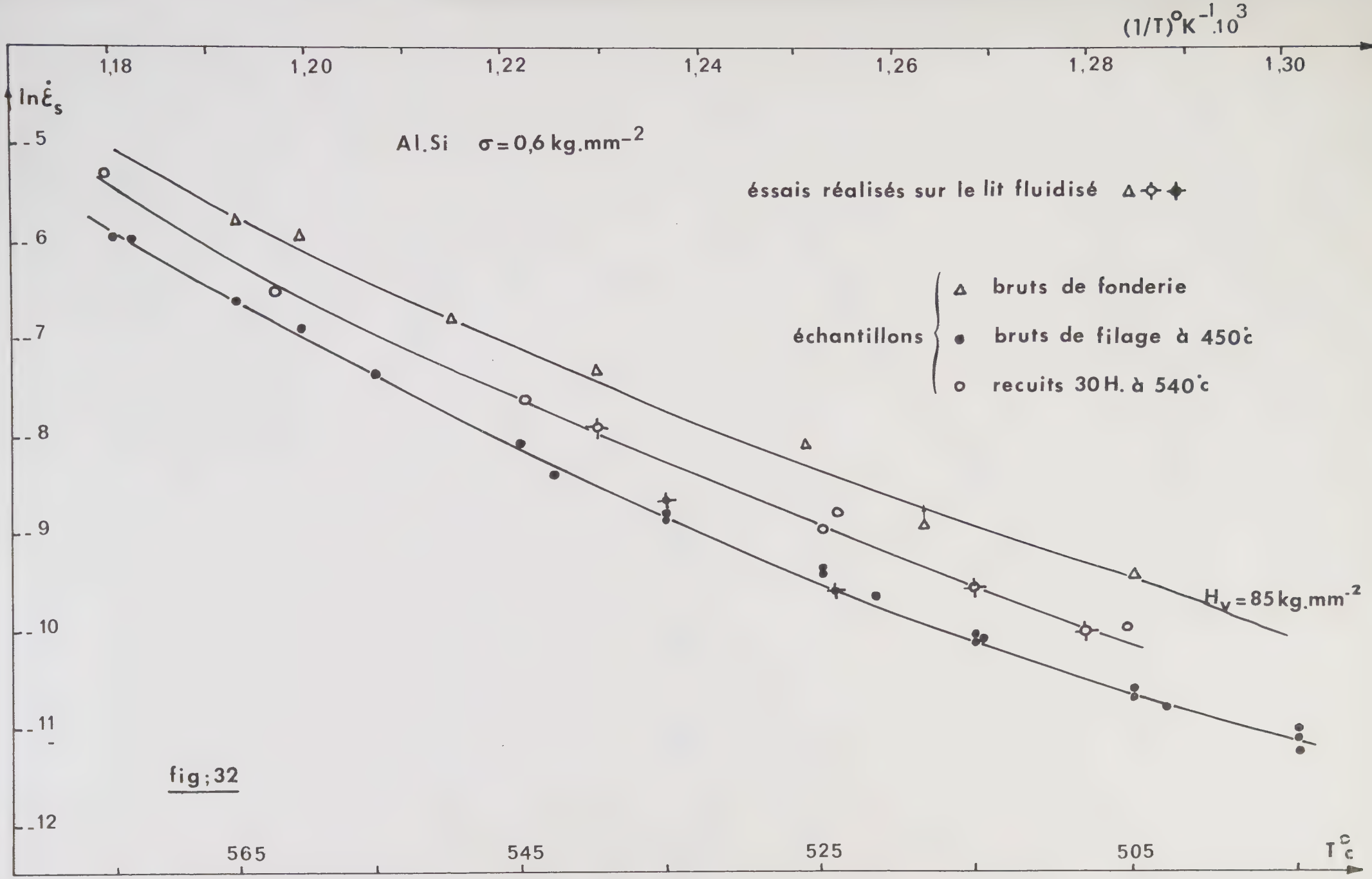
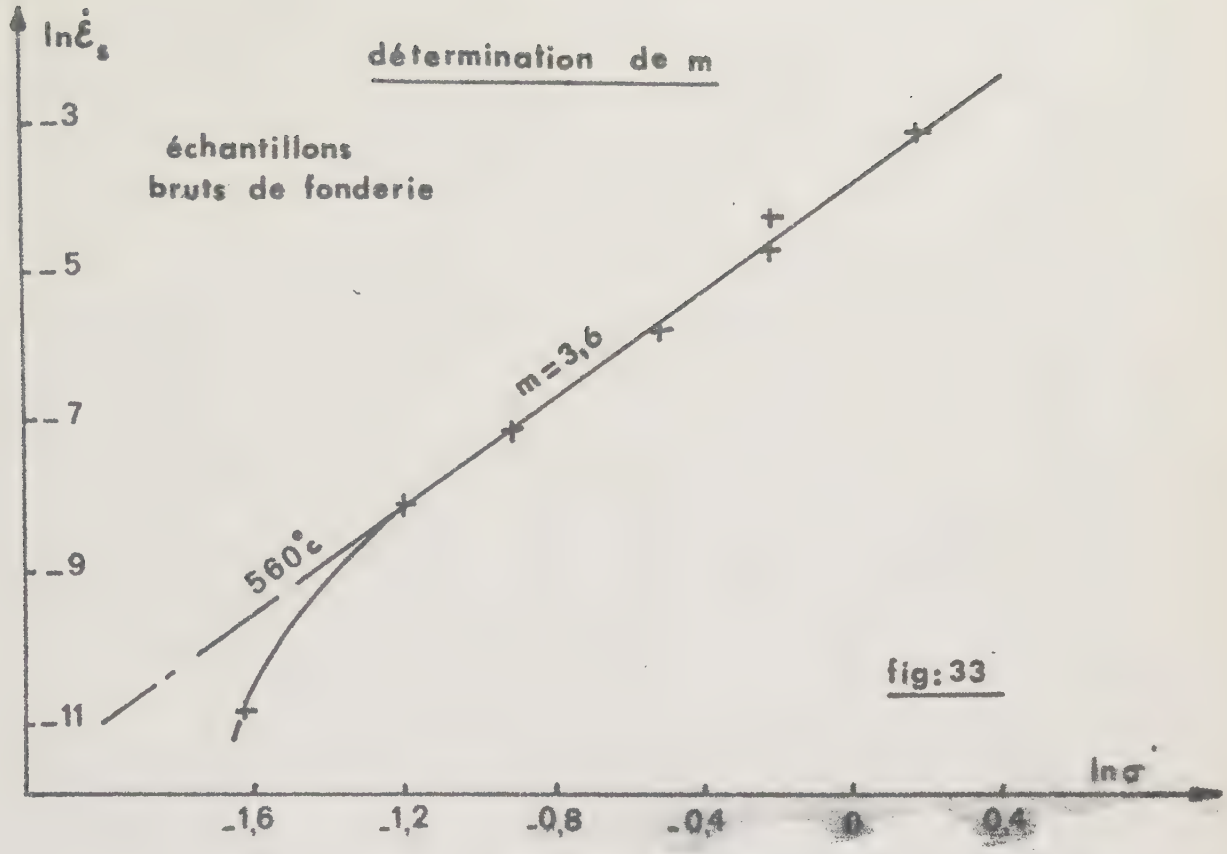

(1/T)°K⁻¹.10³
1,18
1,20
1,22
1,24
1,26
1,28
1,30
ln ε̇s
-5
-6
-7
-8
-9
-10
-11
-12
Al.Si σ = 0,6 kg.mm⁻²
éssais réalisés sur le lit fluidisé
échantillons
bruts de fonderie
bruts de filage à 450°c
recuits 30 H. à 540°c
Hv = 85 kg.mm⁻²
565
545
525
505
T°c

fig ; 32



Pour des échantillons filés et bien recuits, les résultats expérimentaux tendent vers ceux obtenus pour des éprouvettes brutes de fonderie, ce qui prouve que l'écrouissage n'est pas négligeable et que son rôle est au moins aussi important que celui joué par l'orientation de la structure décrit précédemment, d'ailleurs les deux phénomènes sont dépendants. La ductilité à rupture, pour ces échantillons n'excède jamais 100 %. Cette constatation peut être attribuée à la disparition de l'écrouissage, et d'autre part à un grossissement des grains.

d) <u>interprétation</u>.

D'après les différents modèles théoriques existants sur le fluage (chap.I) et les valeurs trouvées pour l'exposant m(3,5 < m < 5), l'écoulement de cet alliage est commandé par un processus mettant en jeu des dislocations. Pour les hautes températures et fortes contraintes lorsque m ≃ 3,5, la théorie du microfluage de "Weertmann" [11] contrôlé par le glissement visqueux des dislocations semble s'appliquer. Par contre aux températures et contraintes faibles, la valeur de m ≃ 5 tend à montrer que la vitesse

de fluage est contrôlée par un mécanisme de montée des dislocations comme dans les métaux purs [8]. De toute façon, ces deux mécanismes opèrent séquentiellement, le plus lent conduisant la cinétique ; il est donc possible qu'on assiste à un changement du mécanisme directeur suivant la température et la contrainte.

D'après la classification de Sherby et Burke [3] des solutions solides, cet eutectique, qui est en fait la juxtaposition de deux solutions solides, se comporte soit comme un alliage de la classe I ($m \simeq 3$), soit de la classe II ($m \simeq 5$). Sherby et Burke notent également que les alliages de la classe I ne présentent pas de fluage primaire à l'inverse de ceux de la classe II. Celà est conforme aux deux types de comportement de Al-Si. Il est d'ailleurs admis que l'absence du fluage primaire correspond au cas où le glissement contrôle la vitesse de fluage.

En ce qui concerne les énergies d'activation, il est difficile pour l'instant de les relier à des processus microscopiques précis opérant dans l'une quelconque des deux phases ; leurs valeurs évoluant du simple au triple, mais sont en accord avec l'hypothèse d'un changement de mécanisme directeur pour la déformation.

L'interprétation des résultats à l'aide de mécanismes séquentiels, au seul regard de l'évolution continue des paramètres m et Q doit être précisé, d'autant plus que la classification de Sherby et Burke est très discutée [49]. Dans ce but, nous analysons les phénomènes à l'aide de deux nouvelles variables thermodynamiques, la contrainte effective σ^*, et la contrainte interne σ_i, déterminées par la méthode du fluage nul. Ces deux grandeurs peuvent permettre de séparer les deux phénomènes précédents moyennant certaines hypothèses.

III.2.4 - MESURES ET VARIATIONS DES CONTRAINTES INTERNES ET EFFECTIVES.

a) Principe :

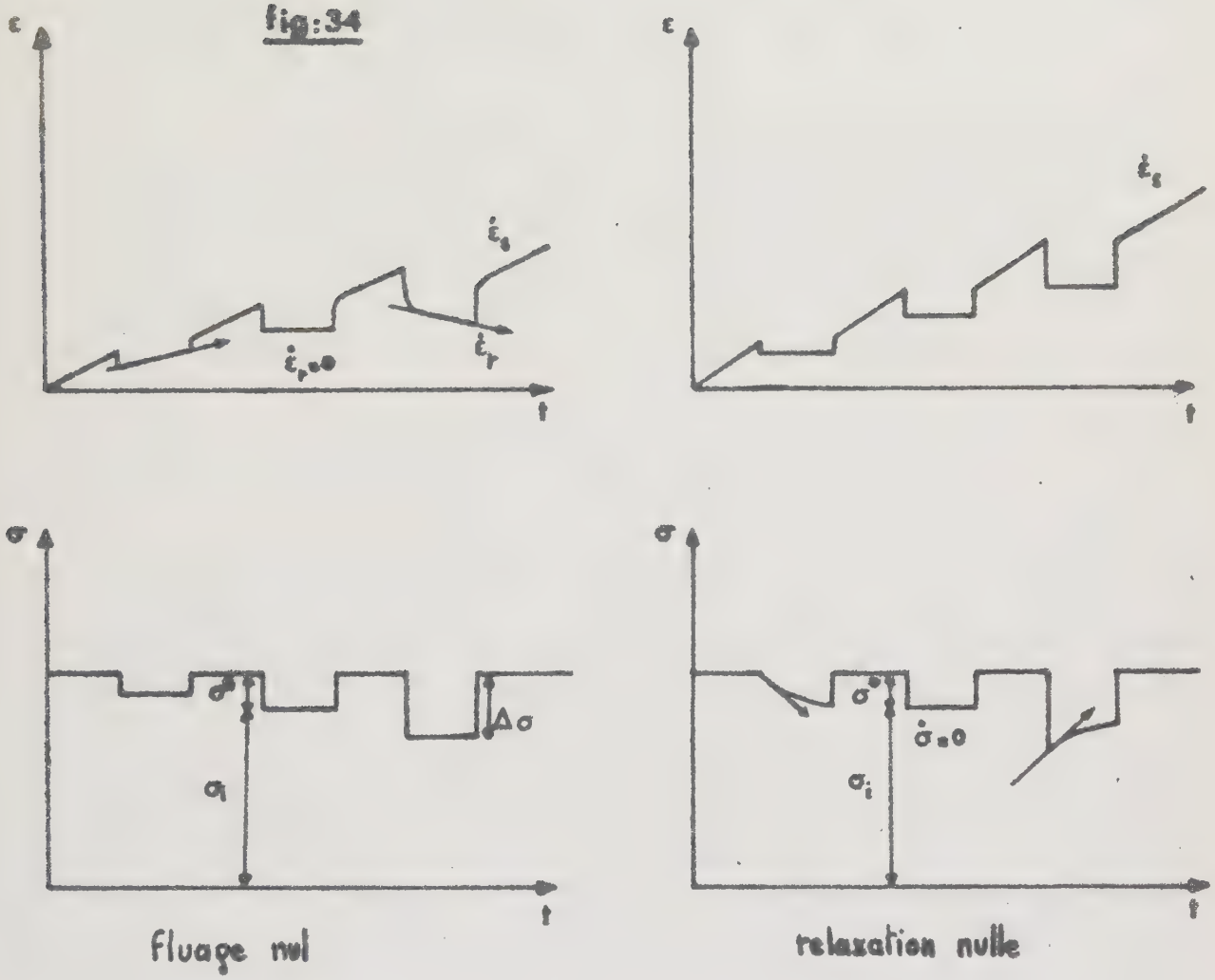
En partant des hypothèses d'Orowan-Bailey selon lesquelles le fluage par mouvements de dislocations est le résultat d'une compétition entre écrouissage et restauration, il est possible de séparer et d'analyser la séquence glissement-montée, en étudiant les deux composantes de la contrainte appliquée. L'écrouissage s'effectue par le glissement thermiquement activé des dislocations sous l'effet de la contrainte effective, alors que la restauration se fait sous l'action de la contrainte interne (ou externe) chap.I.2.

A l'aide des hypothèses précédentes, il est possible d'expliquer l'aspect global des courbes de fluage. Immédiatement après l'application de la contrainte, l'échantillon se déforme rapidement car les contraintes internes qui s'opposent au glissement sont faibles à longue distance . La déformation se poursuit et le niveau de contrainte interne croît avec l'écrouissage entrainant une diminution de la vitesse de fluage qui devrait normalement tendre vers zéro lorsque la contrainte interne tend vers la contrainte appliquée. En fait, on observe une vitesse stationnaire ε°_{S} positive, car la restauration limite le niveau de contrainte interne. L'équilibre s'établit lorsque l'incrément de contrainte créé par l'écrouissage est exactement compensé par le décrément dû à la restauration.

Mathématiquement, cela s'écrit :

$$\frac{d\overline{\sigma_i}}{dt} = \left(\frac{\partial\overline{\sigma_i}}{\partial\varepsilon}\right)_{\sigma,t,T}\left(\frac{\partial\varepsilon}{\partial t}\right) - \left(\frac{\partial\overline{\sigma_i}}{\partial t}\right)_{\sigma,\varepsilon,T} = h\,\varepsilon^{\circ} - r\ , \qquad (54)$$

qui donne la vitesse de fluage stationnaire pour $\frac{d\overline{\sigma_i}}{dt} = 0$; $\varepsilon^{\circ}_{S} = +\frac{r}{h}$, formule qui a été fréquemment vérifiée par l'expérience [23].



méthodes de mesure des contraintes internes moyennes

De cette approche phénoménologique deux méthodes expérimentales se sont dégagées pour accéder aux valeurs moyennes des contraintes internes ; "the strain transient dip test technique" [45] (fluage nul) et "the stress transient dip test technique" [46] (relaxation nulle).

Les schémas de principe des opérations de mesures sont portés ci-dessus (fig.34) et reposent essentiellement sur le fait qu'une dislocation se mouvant dans un cristal est soumise aux contraintes qui s'opposent à son mouvement (§ I.2) et est capable de se mouvoir instantanément en sens inverse lorsque les barrières internes deviennent supérieures aux forces appliquées effectivement sur l'ensemble, à la suite d'une opération extérieure.

Ce phénomène est rapide et très faible car un nouvel équilibre s'établit à la suite de ce mouvement. On mesure donc les vitesses immédiatement après la récupération élastique (fig.34).

L'origine du champ interne peut être multiple : structure de sous joints, interaction à longue distance entre dislocations libres et échevaux immobiles, nature périodique du réseau, effets de solutés, ..., et la détermination de sa forme analytique précise est impossible. On admet cependant couramment qu'il varie périodiquement :

$$\sigma_i(x) = \sigma_{i\ max} \sin \frac{2\pi x}{\lambda} \qquad (55)$$

λ étant la période d'oscillation [13] [18] [19] [22].

Les effets anélastiques tels que relaxation des joints de grains et des dislocations courbées entre deux points d'attaches sont négligés car leurs effets sont très faibles et leurs constantes de temps sont très différentes de celles des phénomènes observés.

D'après Ahlquist et Nix [45] les deux méthodes convergent et donnent des valeurs identiques de la contrainte interne. Cependant, la méthode du fluage nul est plus facile à mettre en oeuvre : elle peut s'appliquer sur une machine classique du type Andrade, alors que la méthode de la relaxation nulle nécessite une machine de traction infiniment rigide et asservie d'une manière très précise de façon à garder la longueur de l'éprouvette rigoureusement constante lors de la relaxation. Un second avantage réside dans la rapidité atteinte pour la mesure des phénomènes transitoires, la contrainte interne n'étant figée que quelques secondes après le décrement de contrainte.

b) Appareillage :

La détection des déformations transitoires durant les tests de décréments de contrainte s'effectue à l'aide du montage donné sur la figure 35.

Le capteur est un transformateur différentiel linéaire dont le corps est fixé au bâti de la machine et le palpeur solidaire du

mors mobile. Son rapport de transformation est de un et sa linéarité est excellente sur neuf millimètres.

L'alimentation se fait sous 4V - 1000 Hz sinusoïdal.

L'amplification du signal délivré par le secondaire est réalisée par un amplificateur synchrone du type "P.A.R." d'impédance d'entrée 10 MΩ et de sensibilité comprise entre 500 mV et 1ηV. Le signal est ensuite envoyé sur l'enregistreur.

Les zéros mobiles de l'amplificateur et de l'enregistreur sont d'un précieux secours, mais limitent tout de même les mesures à des vitesses inférieures à $5.10^{-3}s^{-1}$.

L'étalonnage du capteur ($Y = f(\Delta l)$) pour différentes sensibilités de l'amplificateur, est réalisé à l'aide d'un vis micrométrique. Le coefficient d'amplification K est ainsi déterminée et la linéarité vérifiée (fig.35).

Les valeurs de K les plus couramment utilisées sont 1500 et 3000. Pour les très faibles vitesses on prend $K \simeq 5000$ ($\Delta l = 1\mu$ correspond à $Y = 5$ mm).

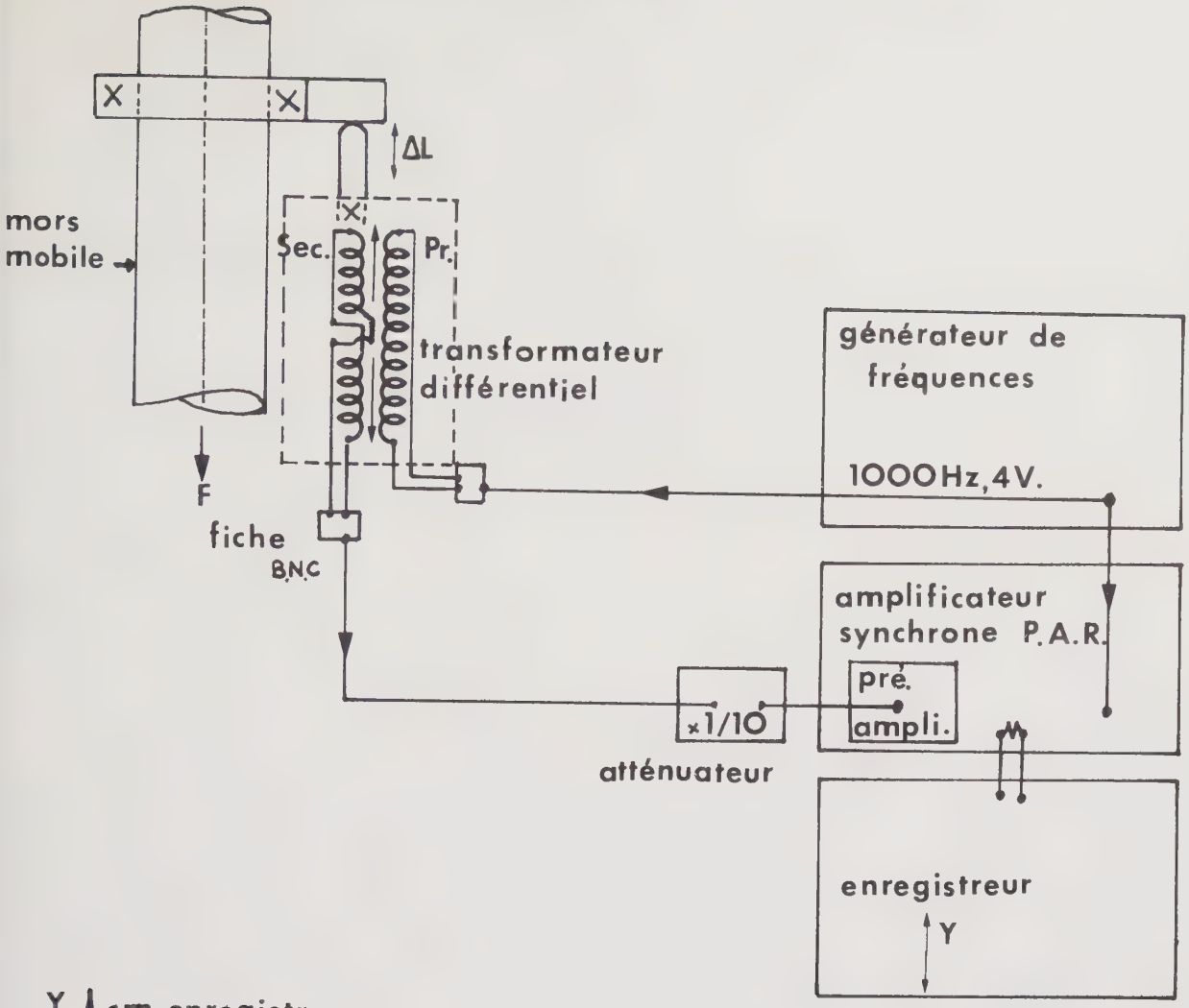
Les décréments de contrainte $\Delta\sigma$ sont réalisés à l'aide d'une fourchette, commandée par un verin pneumatique, qui soulève instantanément le nombre de poids désiré. Dans ce cas $\Delta\sigma = \frac{\Delta P}{S_o}$ quelque soit l'allongement et $\varepsilon^{\circ}_{t} = \frac{dY}{dt\ K\ l}$, (56)

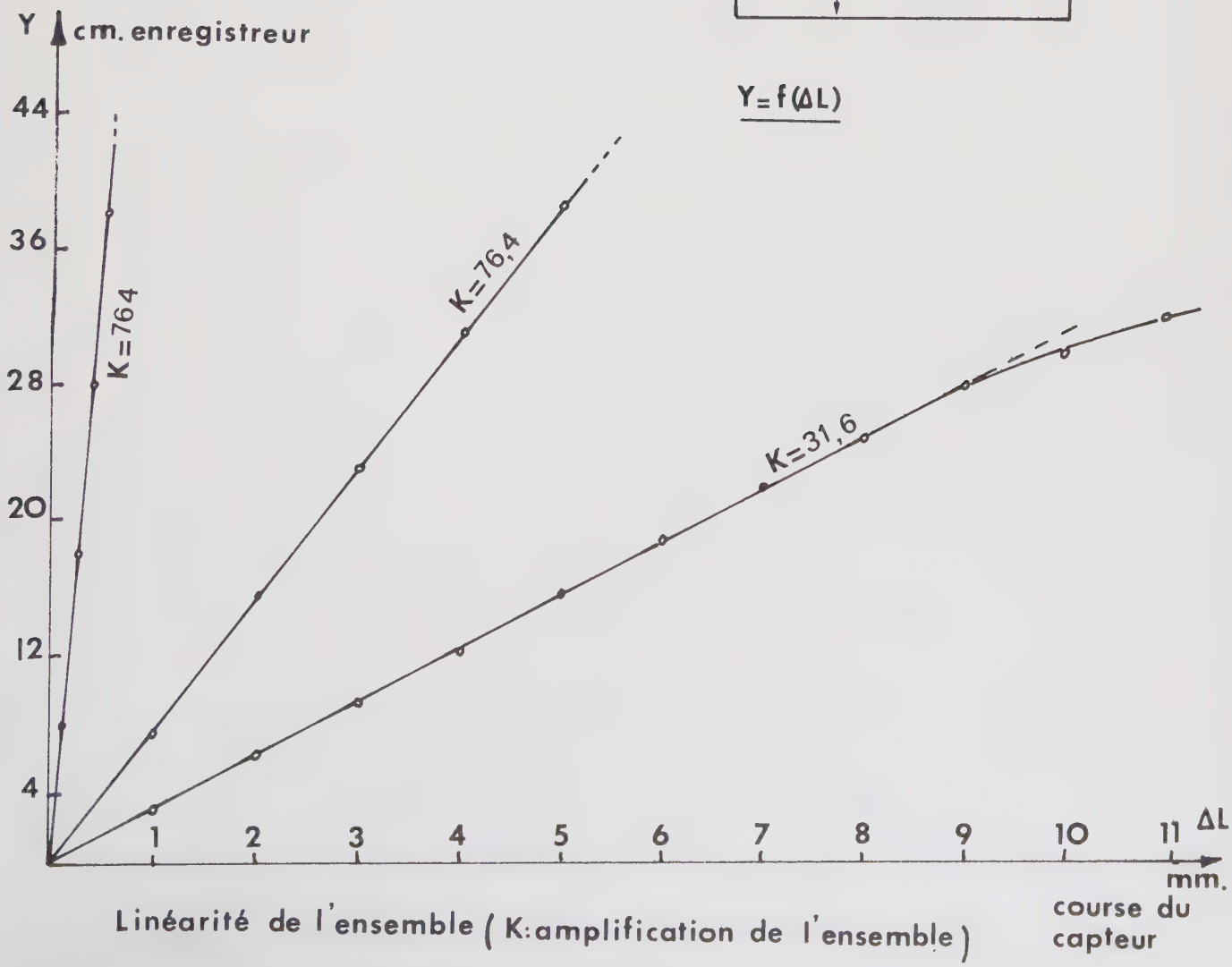
l étant la longueur de l'éprouvette au moment de la mesure.

c) <u>Détermination des contraintes effectives et internes.</u>

Quelques exemples d'enregistrements pour une même température (545°C) et différentes contraintes sont reportés figure 36. Conformément aux paragraphes précédents (a) suivant la valeur de $\Delta\sigma$, la vitesse de déformation plastique transitoire ε°_{t}, immédiatement après la récupération élastique est positive, négative ou nulle. La contrainte effective correspond au décrément de contrainte qui entraine une vitesse

fig: 35

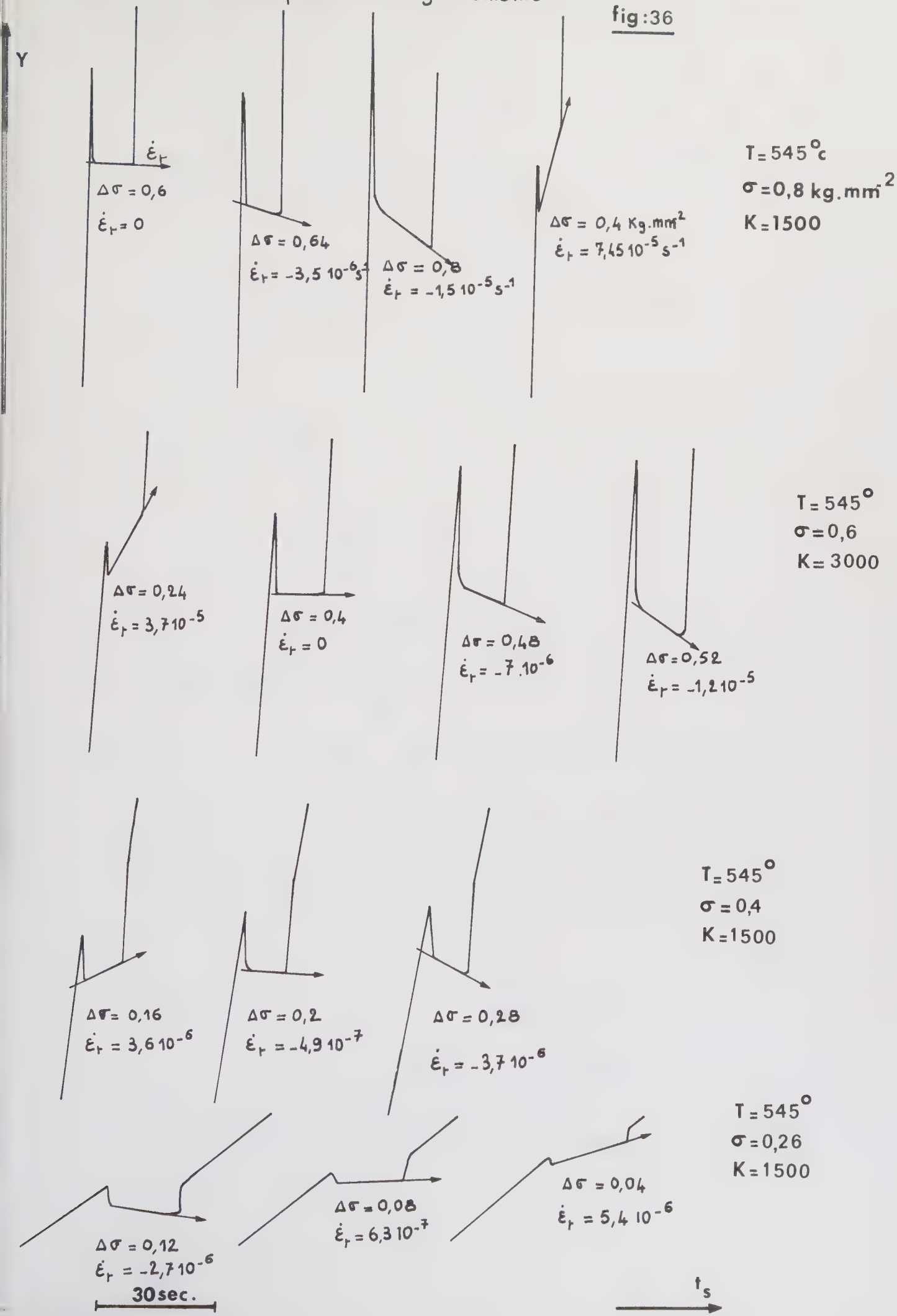




Linéarité de l'ensemble (K: amplification de l'ensemble)

exemples d'enregistrements

fig:36



de fluage nulle. La contrainte interne est alors calculée comme étant la différence entre les contraintes appliquée et effective : $\sigma_i = \sigma - \sigma^*$.

La détermination de la vitesse transitoire se fait sur 10 à 20 secondes ; au-delà la vitesse évolue jusqu'à devenir constante car la contrainte interne tend vers sa nouvelle valeur imposée par la contrainte résiduelle $\sigma - \Delta\sigma$.

Le spectre des décrements étant discret, les contraintes effectives exactes sont calculées par l'extrapolation des courbes $\varepsilon^\circ_t = f(\Delta\sigma)$ pour $\varepsilon^\circ_t = 0$ (fig.37). Leur aspect est sensiblement symétrique par rapport au point d'abscisse nulle.

d) Evolution de la contrainte interne durant le fluage.

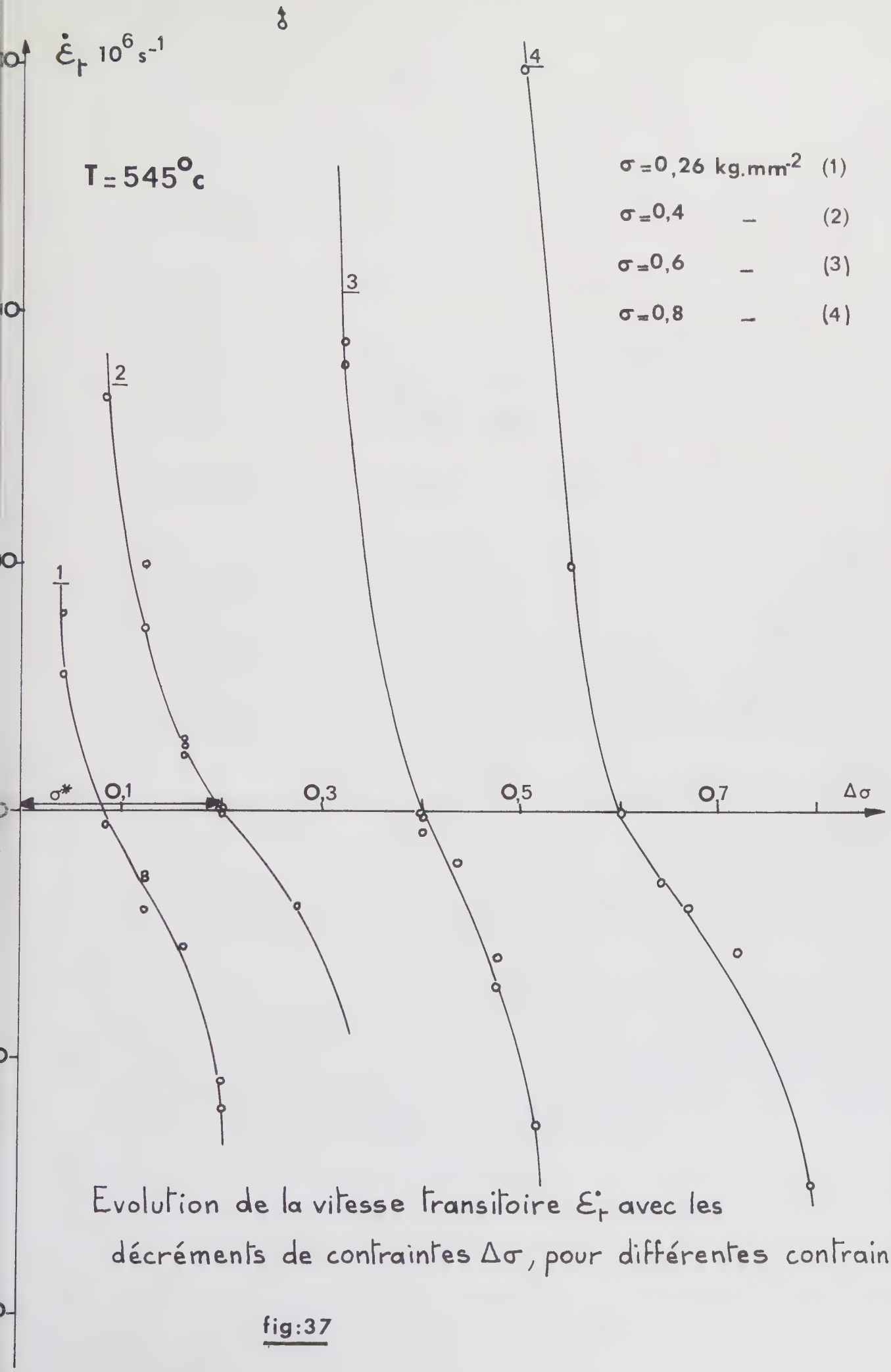
Lorsque le fluage est assez lent et que le primaire est bien développé, il est possible de suivre l'évolution de la contrainte interne car le temps de mesure devient faible par rapport à celui qui sépare deux mesures consécutives.

L'évolution parallèle de la déformation rationnelle $\bar{\varepsilon}$ et de la contrainte σ_i, pour un même échantillon est représenté sur la figure 38. On note que pendant le primaire la vitesse décroît avec la croissance de la contrainte interne et que durant la période stationnaire ces deux dernières grandeurs sont parfaitement stables. Cette variation est conforme à la théorie d'Orowan, le stationnaire est atteint uniquement lorsque la restauration équilibre parfaitement l'écrouissage :

$$\left(\frac{d\sigma_i}{dt} = 0\right) , \qquad (54)$$

ce qui n'est pas réalisé dans la phase précédente.

On remarque que le niveau de contrainte interne au temps $t = 0$ ne semble pas partir de zéro, mais que celui-ci croît très rapidement. Il est probable qu'une grande partie de celle-ci se forme pratiquement instantanément lors de la mise en charge, la vitesse étant



Evolution de la vitesse transitoire $\dot{\varepsilon}_r$ avec les décréments de contraintes $\Delta\sigma$, pour différentes contraintes σ

fig:37

très grande. Ceci se vérifie dans le cas du fluage inverse, les contraintes internes se relaxent alors d'une forte valeur maximum vers une valeur fixe correspondant à celle du secondaire.

Remarque : Lorsque le fluage est assez rapide, on utilise deux éprouvettes pour mesurer sur l'une la vitesse secondaire de manière précise et sur l'autre les contraintes effective et interne correspondant au fluage stationnaire. Dans le reste de l'étude, seules ces grandeurs stables sont étudiées puisque caractéristiques du fluage stationnaire.

e) Dépendance avec la température et la contrainte appliquée.

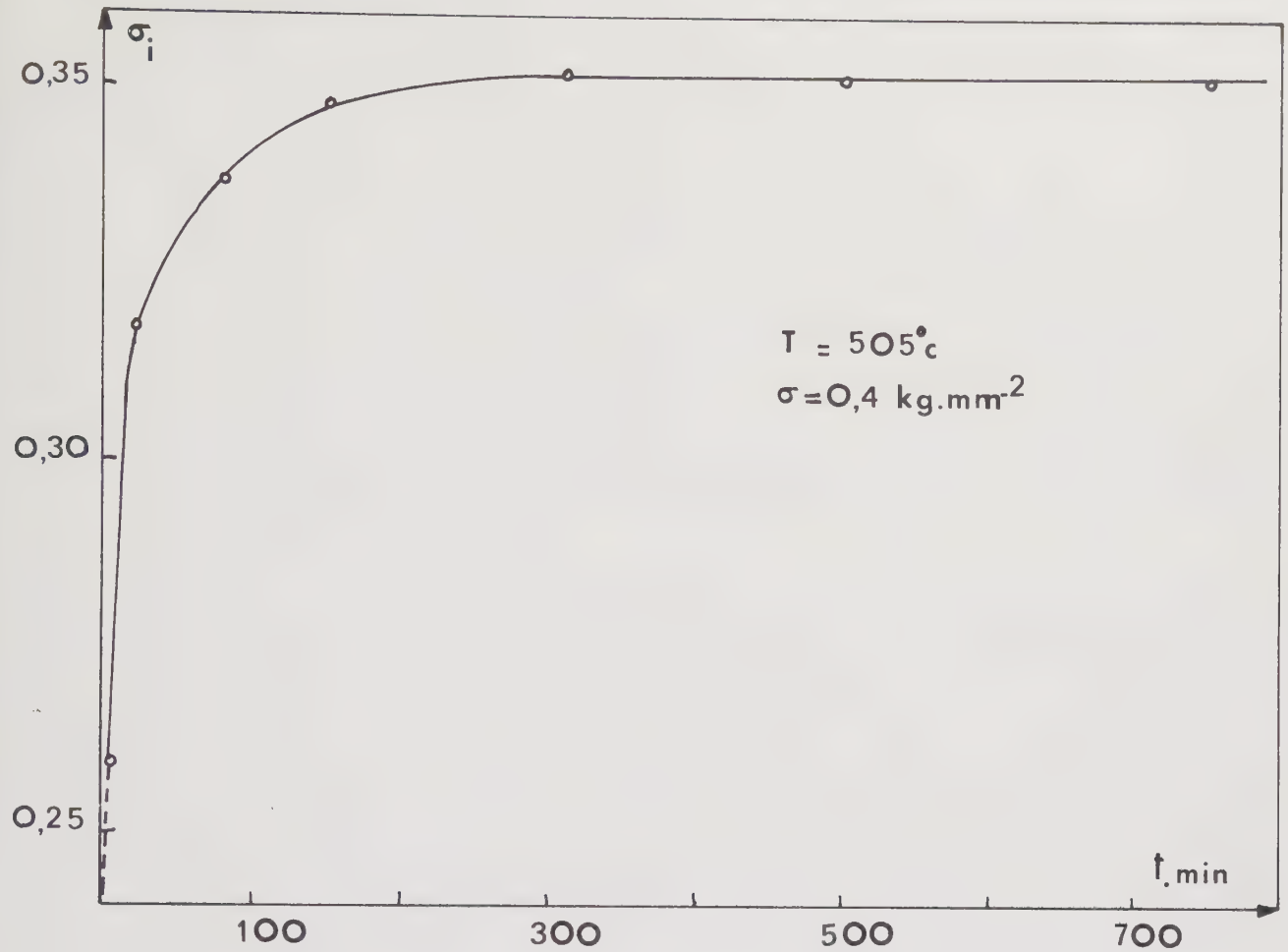
Nous avons déterminé l'évolution des contraintes interne et effective en fonction de la température (485-565°C) et de la contrainte appliquée (0,2 - 1,6 kg/mm^2). Les résultats peuvent se résumer sur les réseaux 39a et 40a. D'une manière générale, ces deux composantes dépendent des paramètres extérieurs et peuvent se représenter sous la forme la plus générale $\sigma^* = \sigma^*(\sigma,T)$ et $\sigma_i = \sigma_i(\sigma,T)$, sauf à forte contrainte pour la dernière équation qui s'écrit alors $\sigma_i = \sigma_i(T)$.

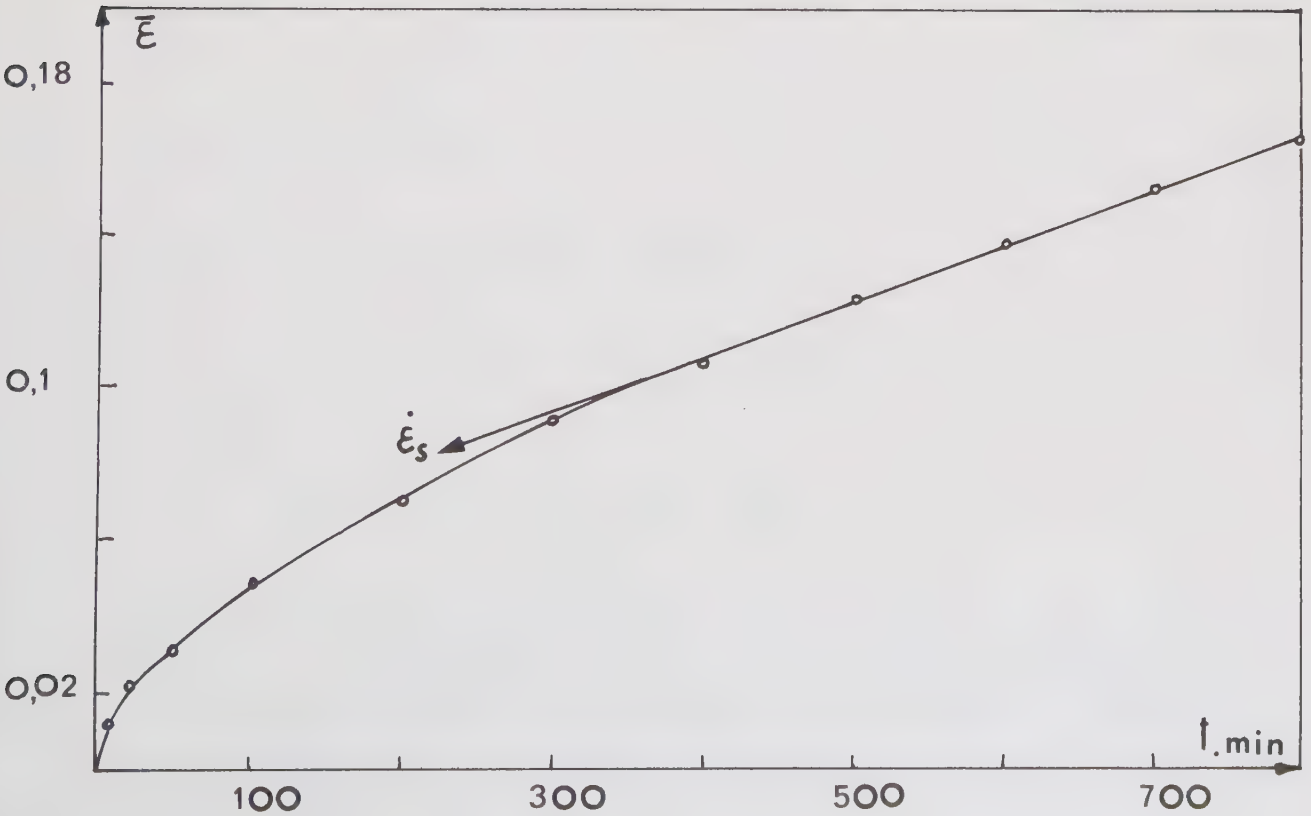
Une dépendance similaire a déjà été reportée pour certains métaux purs et alliages : Al et Al Mg (3 à 7 %) [17] [22] [23] [47] [48], Fer α et Ni [49] et mentionnée pour le Cu [13]. Cependant, pour un grand nombre de métaux la contrainte interne est indépendante de la température et varie linéairement avec la contrainte ($\sigma_i = \alpha\sigma$) : Fe 3,5 % Si [19], Zr_α [20] et le Fe 1,5 et 3 % Ni [50].

La décroissance de la contrainte interne avec l'augmentation de la température reflète l'action et la variation de la vitesse de restauration, la diffusion augmentant avec la température. La restauration devient rapide et limite l'écrouissage à une faible valeur ce qui augmente la vitesse de fluage stationnaire.

fig:38

Evolution de la contrainte interne durant le fluage primaire et secondaire





L'augmentation de la contrainte interne avec la contrainte appliquée est le résultat des variations des paramètres microstructuraux, telles que la diminution du diamètre des sous grains ($\phi \simeq \alpha\sigma^{-1}$), l'augmentation de leur désorientation et surtout la croissance de la densité des dislocations libres ($\sigma_i = \alpha Gb \sqrt{\rho_T}$). En effet, la contribution des sous-joints à la contrainte interne semble être moins importante que celle des dislocations [24] quoique ceci ne soit valable que sur une certaine plage de la contrainte [51]. La saturation de la contrainte interne peut partiellement s'expliquer par la saturation de la densité de dislocation à haute contrainte.

Remarque : La dispersion des résultats à haute contrainte provient de l'extrême difficulté d'enregistrement à grandes sensibilités des phénomènes rapides et de l'apparition précoce de la striction.

L'évolution de la fraction $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ en fonction de la contrainte pour différentes températures (fig.40b) montre que, d'une part la contrainte interne est dominante à faible contrainte puis devient progressivement négligeable par rapport à la contrainte effective à forte contrainte et que d'autre part, cette évolution s'estompe lorsque la température croît, la contrainte effective devenant alors prédominante. Nous reviendrons sur ces observations fondamentales dans l'interprétation des mécanismes de déformation, mais dès maintenant on s'aperçoit que ces variations sont à mettre en parallèle avec celles des grandeurs Q et m déterminées précédemment.

f) Calcul de la contrainte interne maximum.

Comme nous l'avons vu précédemment, on admet que le champ de contrainte interne varie périodiquement dans le cristal et peut s'écrire :

$$\sigma_i = \sigma_{i\ max} \sin \frac{2\pi x}{\lambda} \quad . \qquad (55)$$

Moyennant quelques autres hypothèses et en particulier que l'ensemble des dislocations mobiles peut être décrit par un ensemble de dislocations droites se mouvant dans ce champ interne, il est possible d'accéder à la

fig:39a

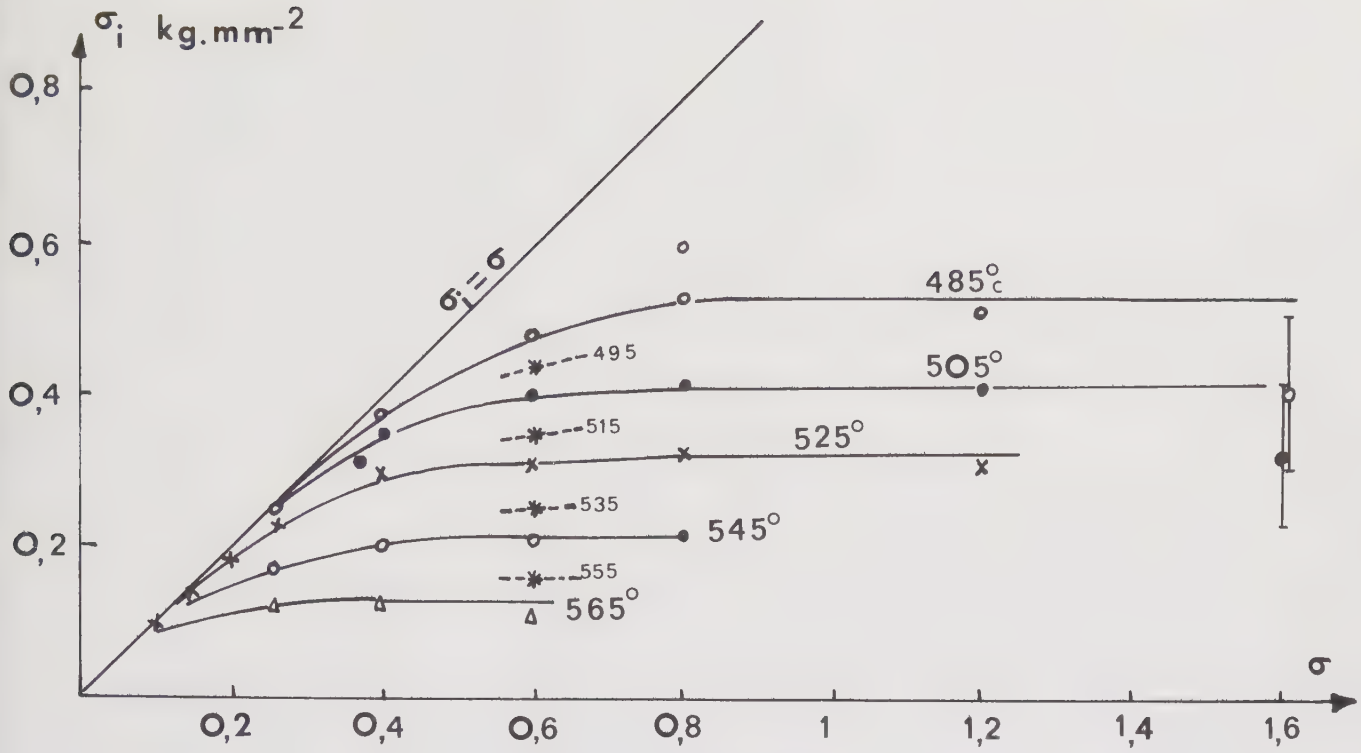
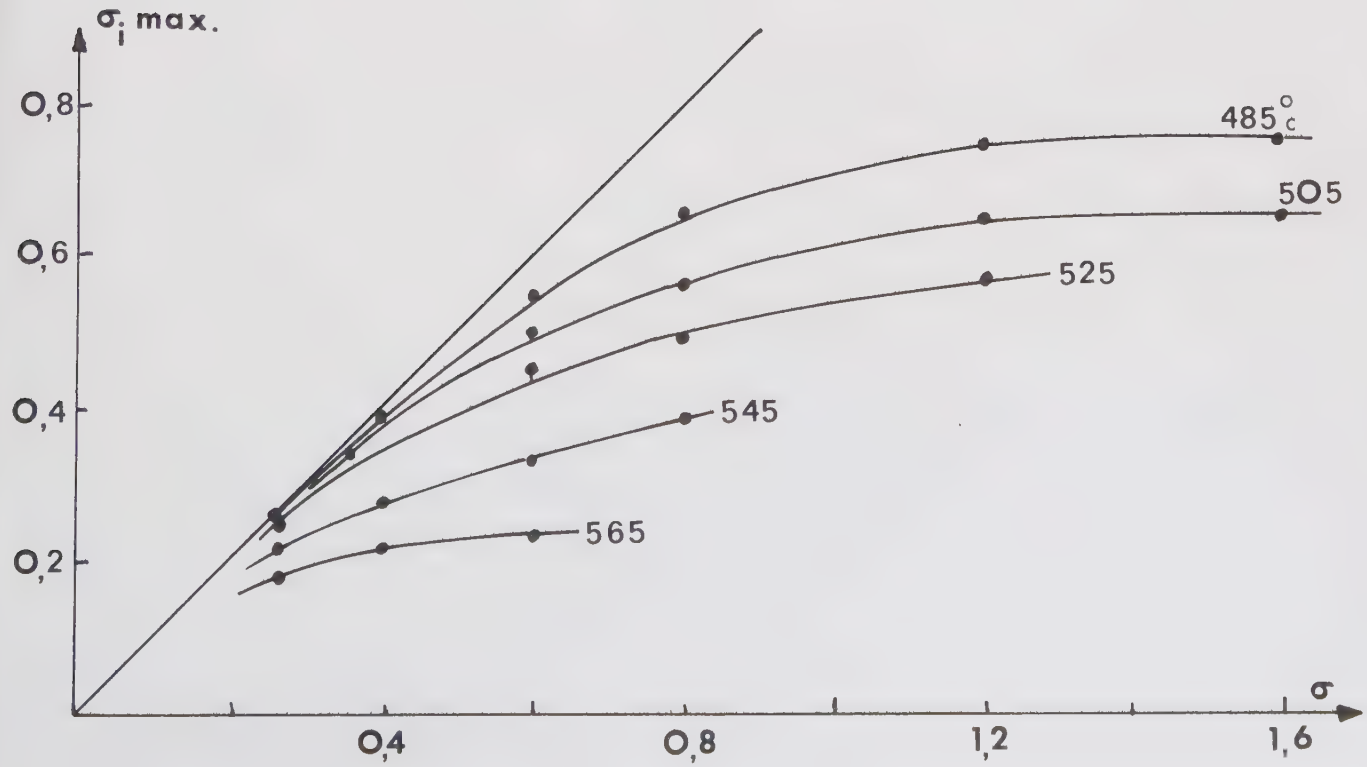


fig:39b



contrainte interne maximum par l'intégration numérique de l'équation de Jonas et Luton [13]. En effet, d'après les équations (24) (27) et (55), les vitesses de ces dislocations sont variables avec leur position, $v(x) = \alpha \, sh \frac{\bar{A}^*_b}{kT} (\sigma - \sigma_{iMax} \sin \frac{2\pi x}{\lambda})$ et ont tendance à s'accumuler dans les zones de faible vitesse, là où σ_i est grand. La vitesse moyenne est donc $\bar{V} = \frac{\lambda}{\int_0^t dt} = \frac{\lambda}{\int_0^\lambda \frac{dx}{V(x)}}$ et conduit à une vitesse de déformation :

$$\varepsilon^\circ = \varepsilon^\circ_o \exp(-\frac{\Delta H_o}{kT}) . \frac{2\pi}{\int_0^{2\pi} \frac{d\alpha}{sh \frac{\bar{A}^*_b}{kT} (\sigma \pm \sigma_{iMax} \sin \alpha)}} \qquad (57)$$

où $\alpha = \frac{2\pi x}{\lambda}$ (Si σ_i est constant, on retrouve bien l'équation (26)). La deuxième équation nécessaire pour calculer l'inconnue $\sigma_{i\ max}$ découle du critère de mesure des contraintes internes, c'est-à-dire que la densité des dislocations mobiles reste fixe durant les tests, le critère de vitesse de déformation nulle s'écrivant alors :

$$\int_0^\lambda P(\sigma,x) \, V(\sigma_i,x) \, dx = 0 \qquad (58)$$

où $P(\sigma,x)$ est la densité de population de dislocations mobiles égale à $\frac{1}{tV(\sigma,x)}$. En combinant ces équations, on arrive à la solution intégrale de Jonas-Luton :

$$\int_0^{2\pi} \frac{sh \frac{\bar{A}^*_b}{kT} (\sigma_i + \sigma_{iMax} \sin\alpha)}{sh \frac{\bar{A}^*_b}{kT} (\sigma + \sigma_{iMax} \sin\alpha)} d\alpha = 0 . \qquad (59)$$

Celle-ci ne peut être résolue que numériquement sauf dans le cas particulier des faibles contraintes où la fonction hyperbolique se réduit à un monôme du premier degré $v = \alpha\sigma^*_{min}(x)$ et conduit à : [18]

$$\sigma_{iMax} = \sqrt{\sigma(2\sigma - \sigma_i)} . \qquad (60)$$

fig:40a

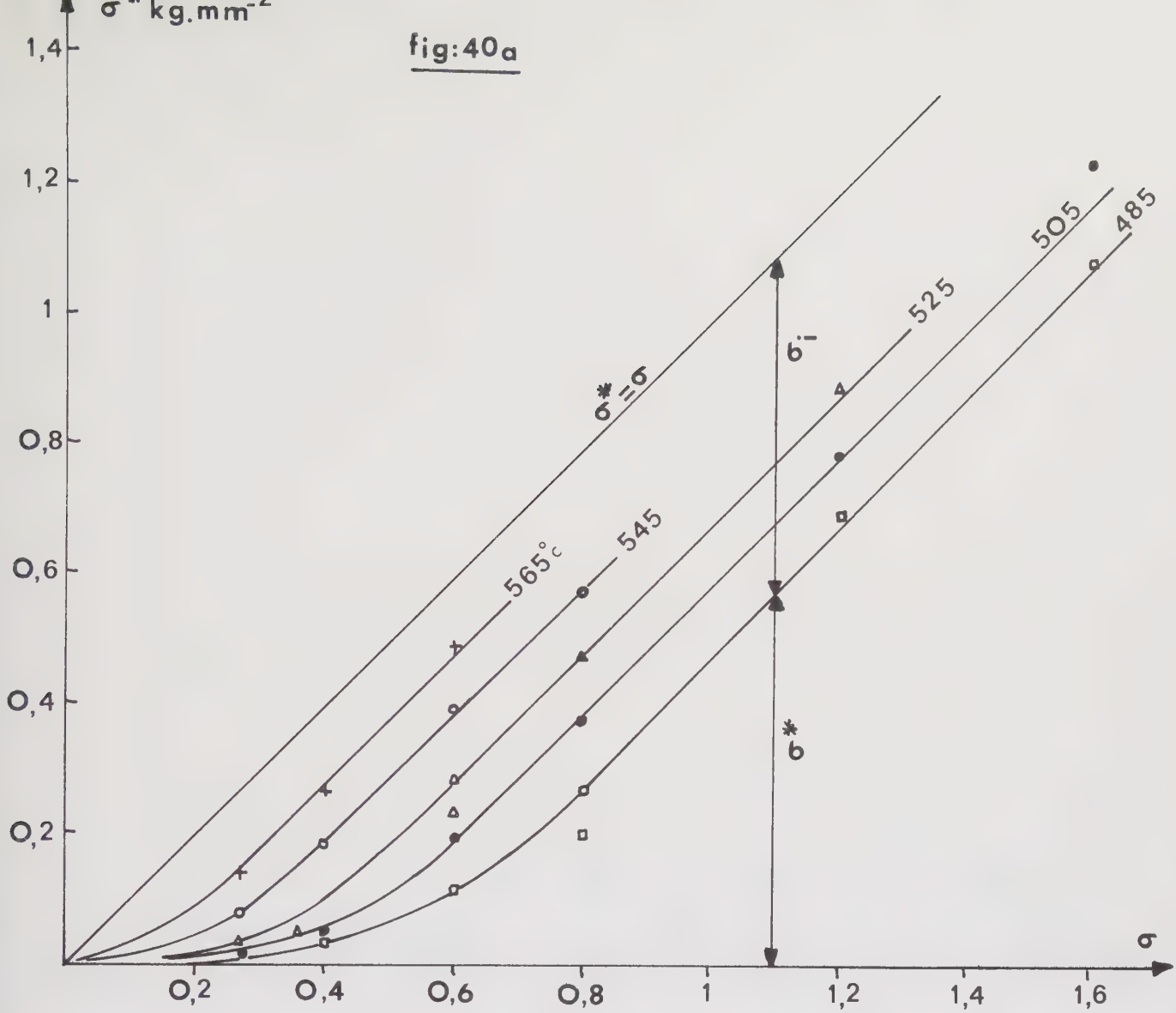
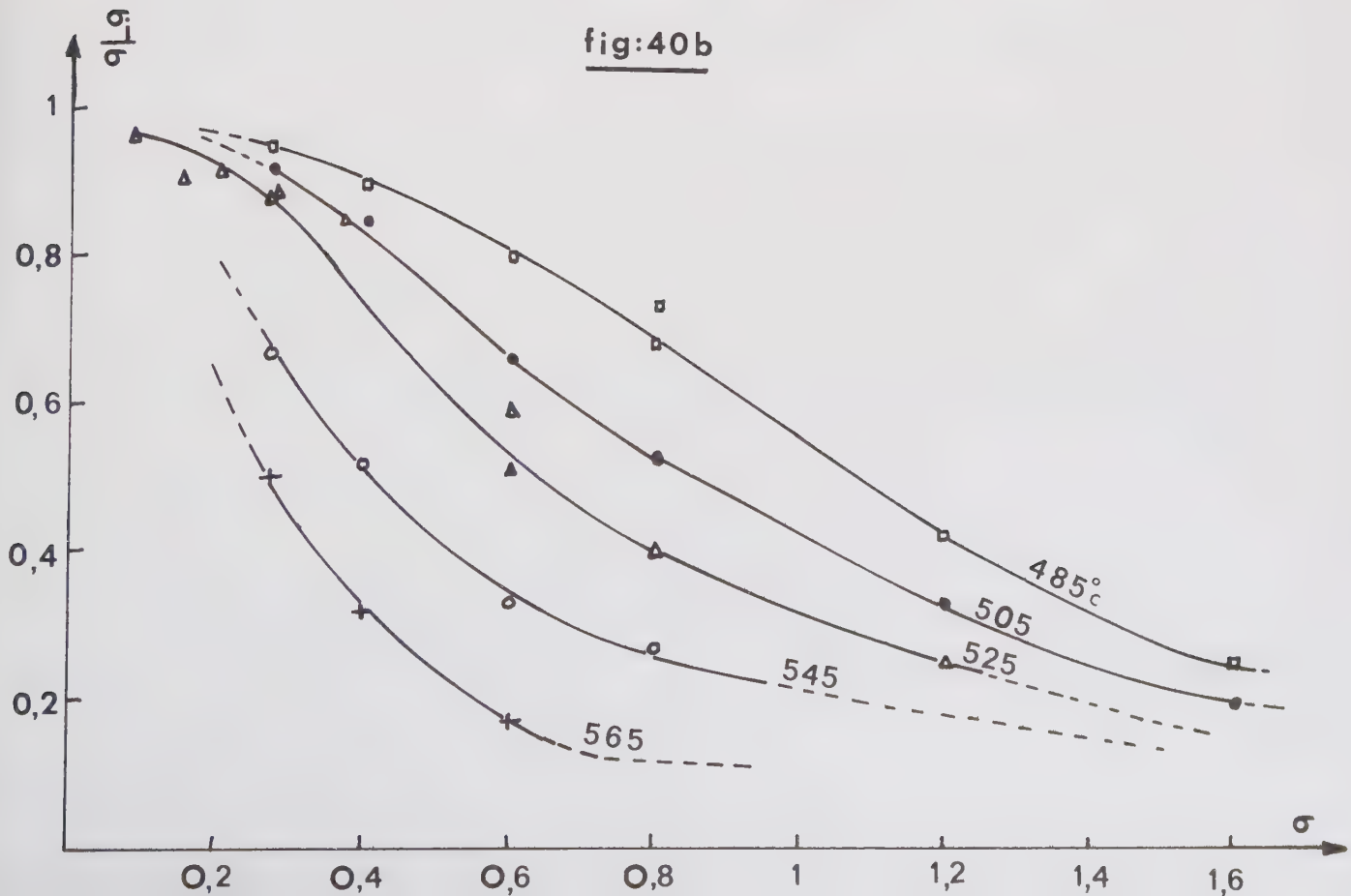


fig:40b



Nous avons calculé numériquement, sur Hewlett Packard, la contrainte interne maximale à l'aide des valeurs expérimentales de σ, σ_i, σ^* et m^*. Ces deux dernières grandeurs nous permettent d'approximer le facteur $\frac{A^* b}{kT} = \frac{m^* v}{\sigma^*}$ (30) en négligeant la variation de la densité de dislocations mobiles avec la contrainte effective c'est-à-dire en prenant $m_v^* \simeq m^*$, ce qui est grossier [52] (paragraphe interprétation).

Les résultats sont reportés figure 39b et font apparaître une croissance similaire à celle de la contrainte interne moyenne, les valeurs étant naturellement supérieures. A faibles contraintes les valeurs calculées tendent effectivement vers celles données par la formule (60).

Dans la suite de l'exposé nous considérons uniquement les valeurs moyennes des contraintes, les valeurs maxima sont trop incertaines et reposent essentiellement sur une forme analytique du champ interne. Ces valeurs maxima peuvent être responsables d'un processus de déformation, la majorité des dislocations étant amassée dans les zones de contrainte effective minimum ($\sigma^*_{min} = \sigma - \sigma_{i\ Max}$).

II.2.5 - DEPENDANCE DE LA VITESSE STATIONNAIRE AVEC LES CONTRAINTES EFFECTIVE, INTERNE et LA TEMPERATURE.

a) <u>Dépendance avec les deux composantes de la contrainte appliquée.</u>

A l'aide des paramètres $m^* = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_S}{\partial \ln \sigma^*}\right)_T$ et $m_i = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_S}{\partial \ln \sigma_i}\right)_T$, sensibilité des vitesses aux contraintes effectives et internes, déduites des équations d'états (38) et obtenus graphiquement sur les réseaux de la figure 41, on a mis en évidence l'existence de la loi phénoménologique $\varepsilon^\circ_S = B\, \sigma^{*\, m^*}$.

La contrainte effective étant dans sa forme générale $\sigma^* = \sigma^*(\sigma,T)$ et le rapport $\frac{\sigma^*}{\sigma}$ étant non constant, les paramètres m et m^* sont différents (équation 42). L'exposant m^* devient indépendant

de la température contrairement à m et vaut de l'ordre de 2,3. Pour les faibles contraintes, les courbes semblent s'infléchir et m^* tend vers 1,5. Ce fléchissement vers les faibles valeurs est incertain et peut venir de la dispersion des résultats, ce que nous vérifions ultérieurement (fig.51).

Lorsque la contrainte interne sature, on a alors $\sigma_i = C^{te}$ et $(\frac{\partial \sigma_i}{\partial \sigma})_T = 0$, les variables ne sont plus dépendantes et l'équation d'état $f_i(\sigma_i, T, \varepsilon^o_S)$ n'existe plus. L'ensemble des équations dans lesquelles l'indice i apparaît ne sont donc plus valables, sauf à faibles contraintes lorsque les trois variables précédentes sont dépendantes $\sigma_i = \sigma_i(\sigma, T)$. Ceci explique l'allure des courbes en pointillés de la figure 41, le paramètre m_i passant d'une valeur finie à une valeur infinie.

On peut justifier les variations du coefficient m en fonction de la température, à haute contrainte, au regard de la relation (43), $\frac{\sigma}{m} = \frac{\sigma^*}{m^*} + \frac{\sigma_i}{m_i}$, qui s'écrit $m = m^* (\frac{\sigma}{\sigma^*})$ lorsque la contrainte interne est constante. En effet d'après la figure 40b, le rapport $\frac{\sigma}{\sigma^*}$ décroît lorsque la température augmente, m^* étant constant dans ce domaine, l'exposant m décroît donc avec la température conformément aux résultats précédents (fig.28). Pour les contraintes supérieures à 2 kg/mm^2, $\sigma \simeq \sigma^*$ donc $m \simeq m^*$. A très faibles contraintes le rapport $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ est voisin de l'unité, σ^* est extrêmement faible donc $m \simeq m_i$ (lorsque ce dernier est défini), ce qui se vérifie grossièrement.

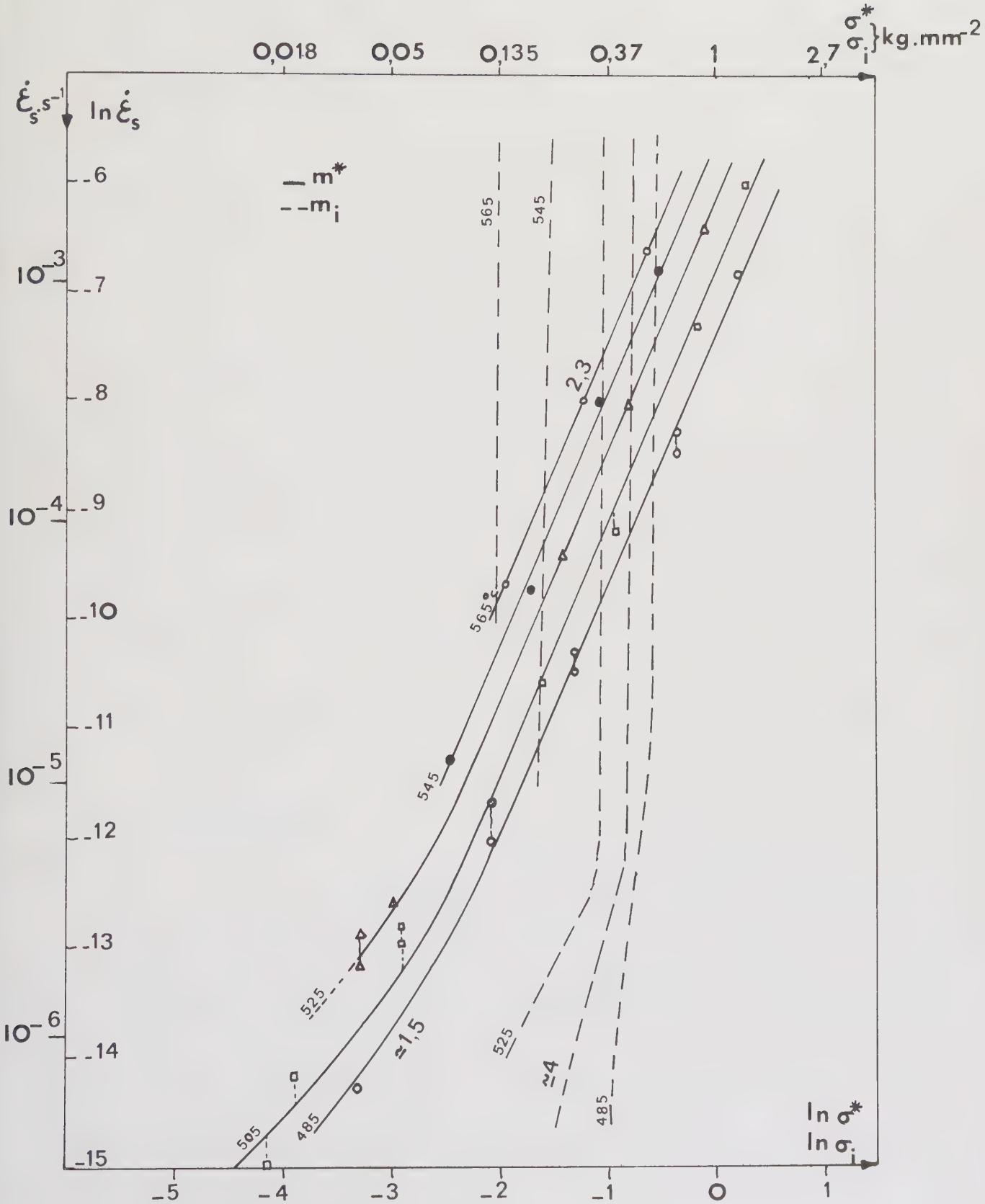
Nous expliquons les valeurs trouvées pour l'exposant m^* dans le paragraphe interprétation (III.2.7).

b) <u>Dépendance avec la température</u>.

La contrainte effective étant fonction de la température, on peut définir une énergie apparente :

$$Q^* = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^o_S}{\partial - \frac{1}{kT}}\right)_{\sigma^*} \qquad (39)$$

Détermination de m^* et m_i fig:41



différente de l'énergie Q, reliées entr'elles par la relation (41) ; $Q^* = Q - kTm^* \left(\frac{\partial \ln \sigma^*}{\partial \ln T}\right)_\sigma$. Il en est de même pour $Q_i = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_S}{\partial - \frac{1}{kT}}\right)_i$ (39) lorsque $\left(\frac{\partial \sigma_i}{\partial \sigma}\right)_T \neq 0$.

La détermination graphique de l'énergie Q^* se fait en prenant la pente des courbes d'Arrhénius déterminées en traçant le logarithme de la vitesse en fonction de l'inverse de la température pour une contrainte effective donnée : $\ln \varepsilon^\circ_S = f\left(\frac{1}{T}\right)_{\sigma^*}$ (fig.42). Le rapport $\left(\frac{\partial \ln \sigma^*}{\partial \ln T}\right)_\sigma$ est positif donc $Q^* < Q$. La valeur de cette énergie est voisine de 1,8 eV, elle est indépendante de la contrainte effective et de la température, contrairement à l'énergie Q.

La valeur de Q_i n'est déterminable que sur une très faible plage de contrainte et de manière assez imprécise, cependant sa valeur est proche de celle de l'énergie Q et vaut environ 5 eV. Normalement Q_i doit êrre supérieure à Q puisque $\left(\frac{\partial \ln \sigma_i}{\partial \ln T}\right)_\sigma$ est négatif.

<u>Remarque</u> : Lorsque l'on détermine les énergies Q^* et Q_i à σ^*_{min} et σ_{iMax} constants, on obtient respectivement $Q^* \simeq 1,4$ eV et $Q_i \simeq 5,5$ à 7 eV.

II.2.6 - DETERMINATION ET MESURE DES PARAMETRES DU FLUAGE TRANSITOIRE.

a) <u>Détermination</u>.

Comme nous l'avons vu précédemment, la contrainte interne augmente durant le stade primaire, les équations d'états s'écrivent alors : $f^{k'}_j(\varepsilon^\circ, T, \sigma_j, \sigma'_k) = 0$. Les paramètres de sensibilité doivent être déterminés pour deux variables constantes, ainsi $m'^* = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ}{\partial \ln \sigma^*}\right)_{\sigma_i, T}$ et $m'_i = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ}{\partial \ln \sigma_i}\right)_{\sigma^*, T}$.

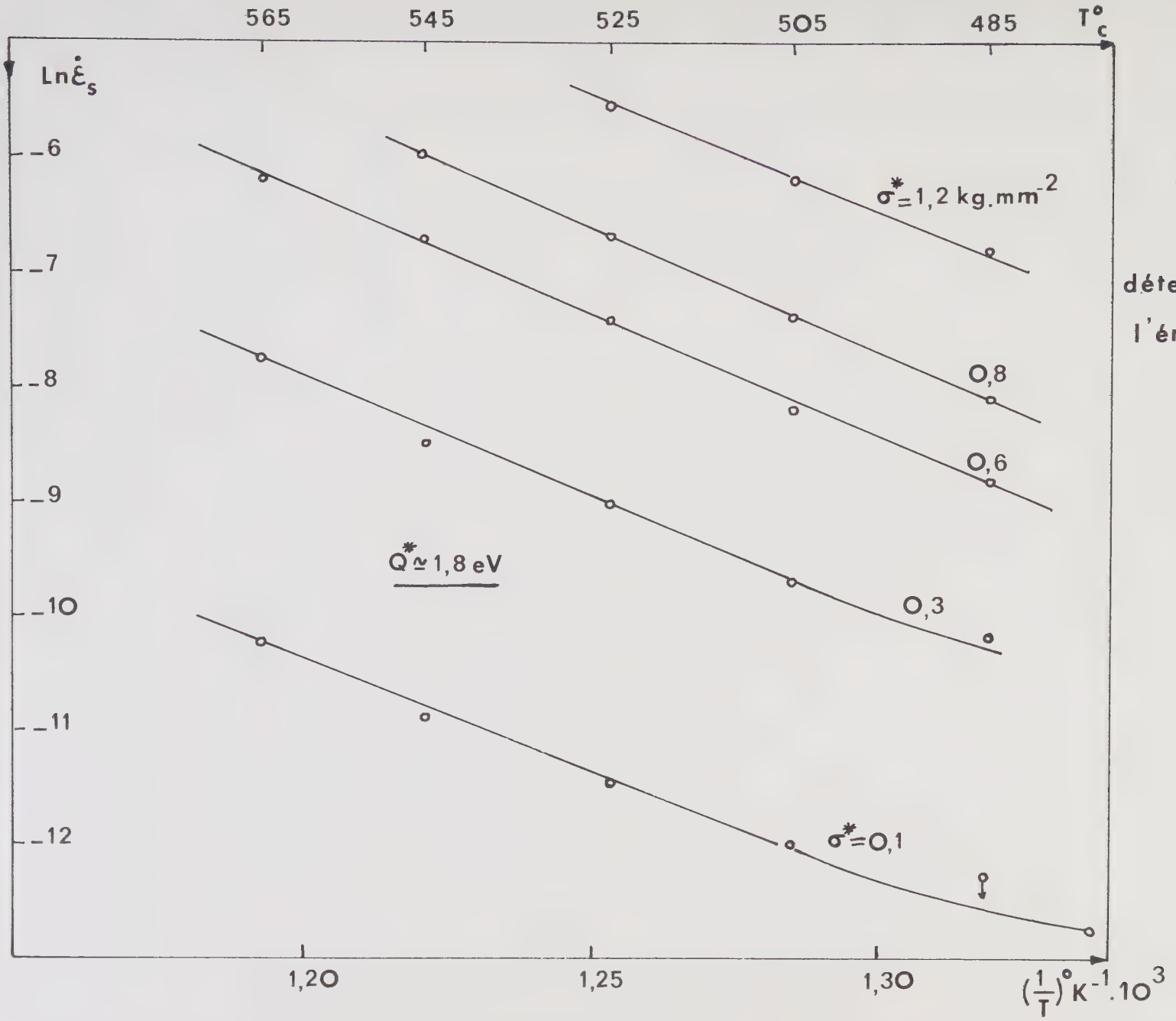


fig:42

détermination de l'énergie apparente Q^*

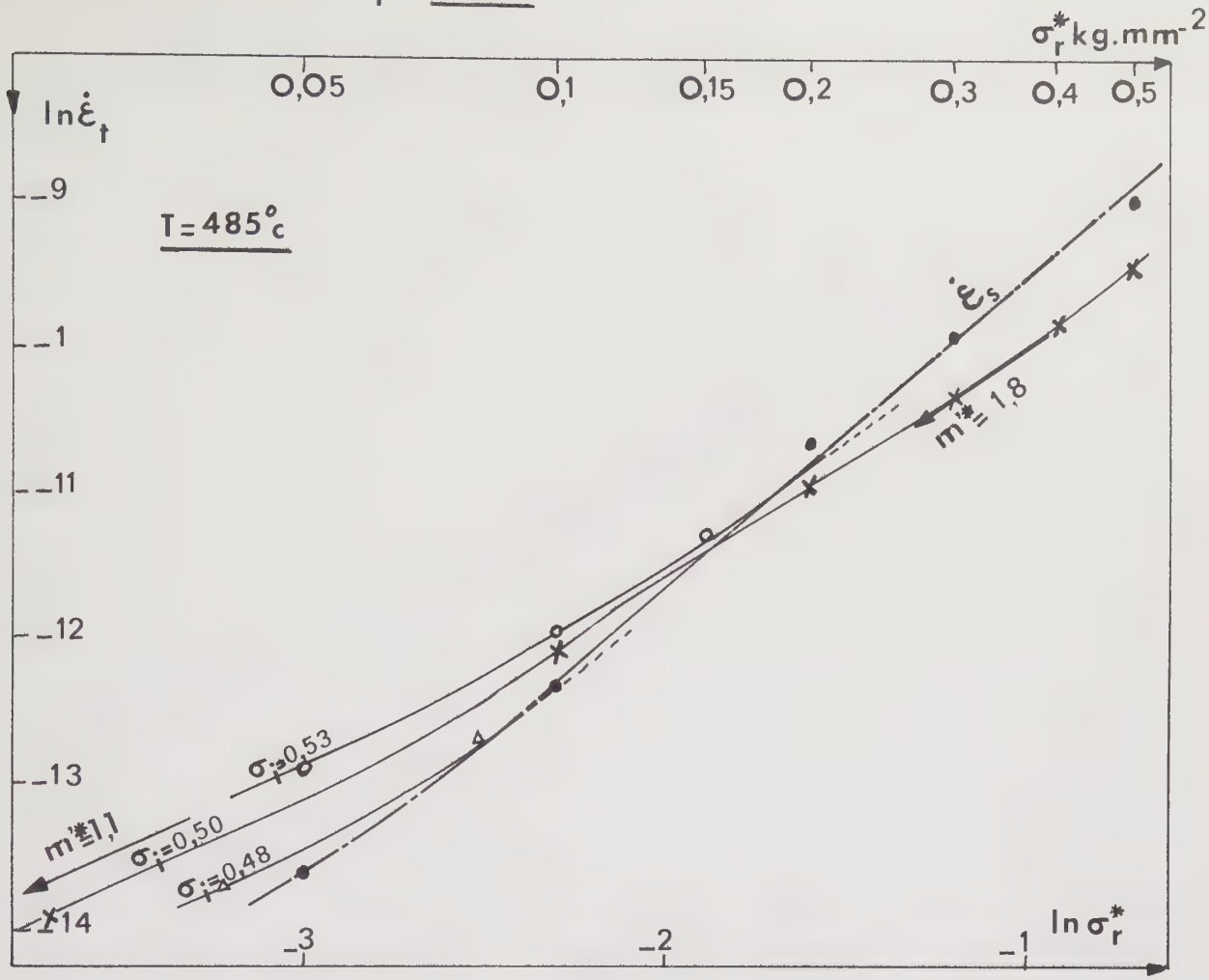
Deux méthodes ont alors été proposées. La première, consiste à enregistrer l'évolution de la contrainte interne durant le fluage primaire, pour différentes températures et contraintes, et de déterminer la vitesse instantanée pour une contrainte interne ou effective constante suivant le paramètre désiré [22]. Cette méthode ne peut s'appliquer que lorsque le fluage primaire est assez long car le temps de mesure n'est pas toujours négligeable par rapport au temps de déroulement du primaire et de plus la mesure elle-même affecte l'évolution de ce stade. La seconde méthode [53], repose sur le fait que durant le fluage stationnaire, pour une contrainte et une température données, la contrainte interne est unique (σ_i = cte). Si l'on effectue alors un décrement de contrainte inférieur à ($\sigma - \sigma_i$), la vitesse du fluage transitoire ε^o_t, mesurée instantanément pour que la structure n'ait pas le temps d'évoluer est uniquement fonction de la contrainte effective résiduelle $\sigma_r^* = \sigma - \sigma_i - \Delta\sigma$ puisque σ_i est constante. En traçant alors le réseau $\ln \varepsilon^o_t = f(\ln\sigma_r^*)_T$ pour différents σ donc différents σ_i, et en prenant la pente de ces courbes on détermine bien $m'^* = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^o_t}{\partial \ln \sigma^*}\right)_{\sigma_i,T}$. Il est ensuite facile d'obtenir m'_i en traçant les courbes $\ln \varepsilon^o_t = f(\ln\sigma_i)_{T,\sigma^*}$ pour une contrainte effective résiduelle fixe. Cette méthode a l'avantage de pouvoir s'appliquer normalement dans tous les cas, mais s'avère difficile à mettre en oeuvre lorsque σ_i est proche de σ, car dans ce cas $\Delta\sigma$ est très vite supérieur à ($\sigma - \sigma_i$) et la vitesse devient négative.

b) Résultats obtenus.

Nous avons déterminé ces deux paramètres pour 485°C et 525°C (fig.43,44), les résultats sont peu précis et couvrent une faible dynamique car σ^*_r est très faible au début ($\sigma_i \simeq \sigma$) et ensuite la contrainte interne atteint vite le domaine de saturation - (σ_i = cte).

On observe que m'^* évolue avec la contrainte effective et passe d'une valeur légèrement supérieure à 1 pour atteindre une valeur proche de 1,8. Nous avons reporté parallèlement l'évolution de la vitesse stationnaire avec la contrainte effective et l'on s'aperçoit alors que m'^* est toujours inférieur à m^*.

Détermination de m'^* et m'_i fig;43



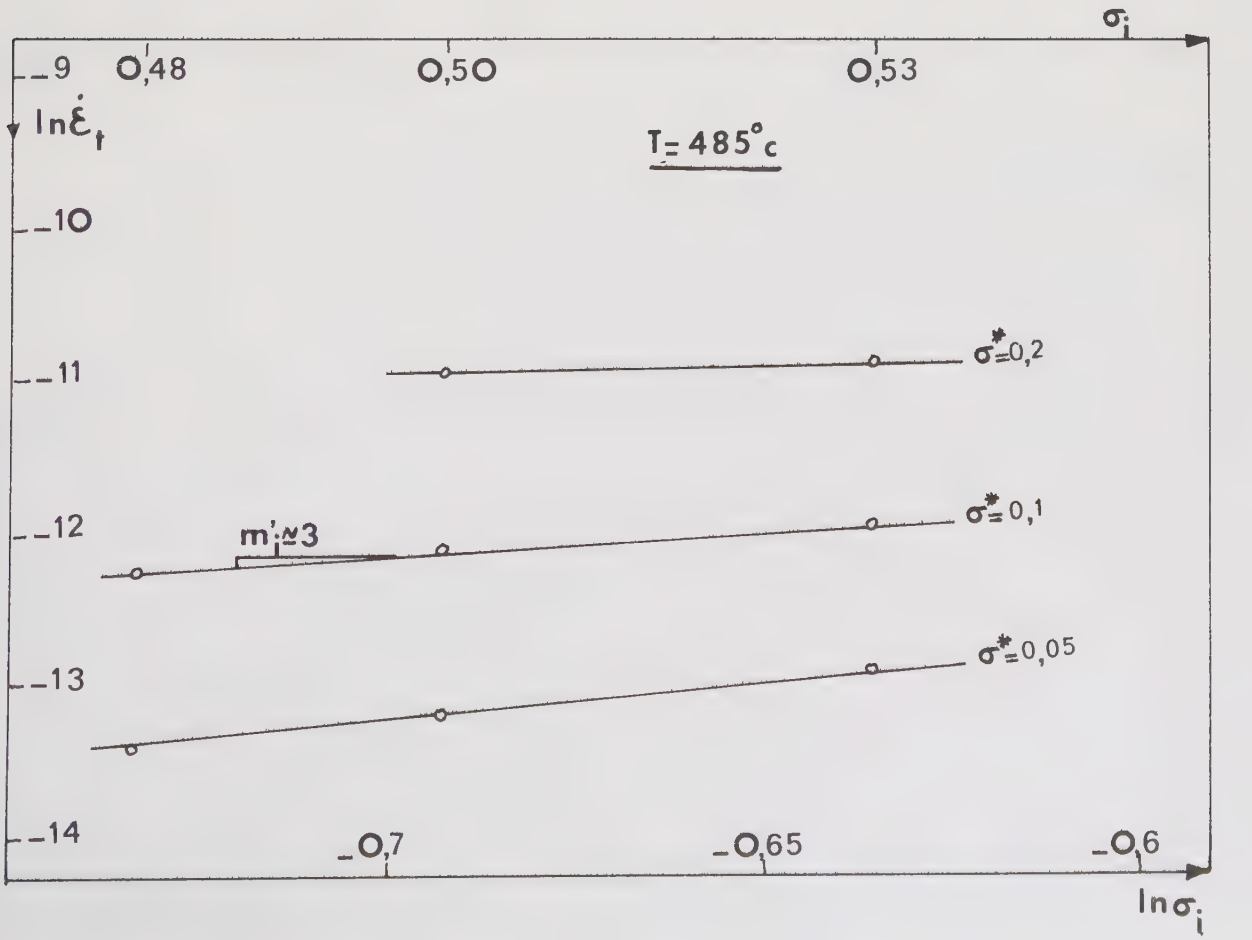
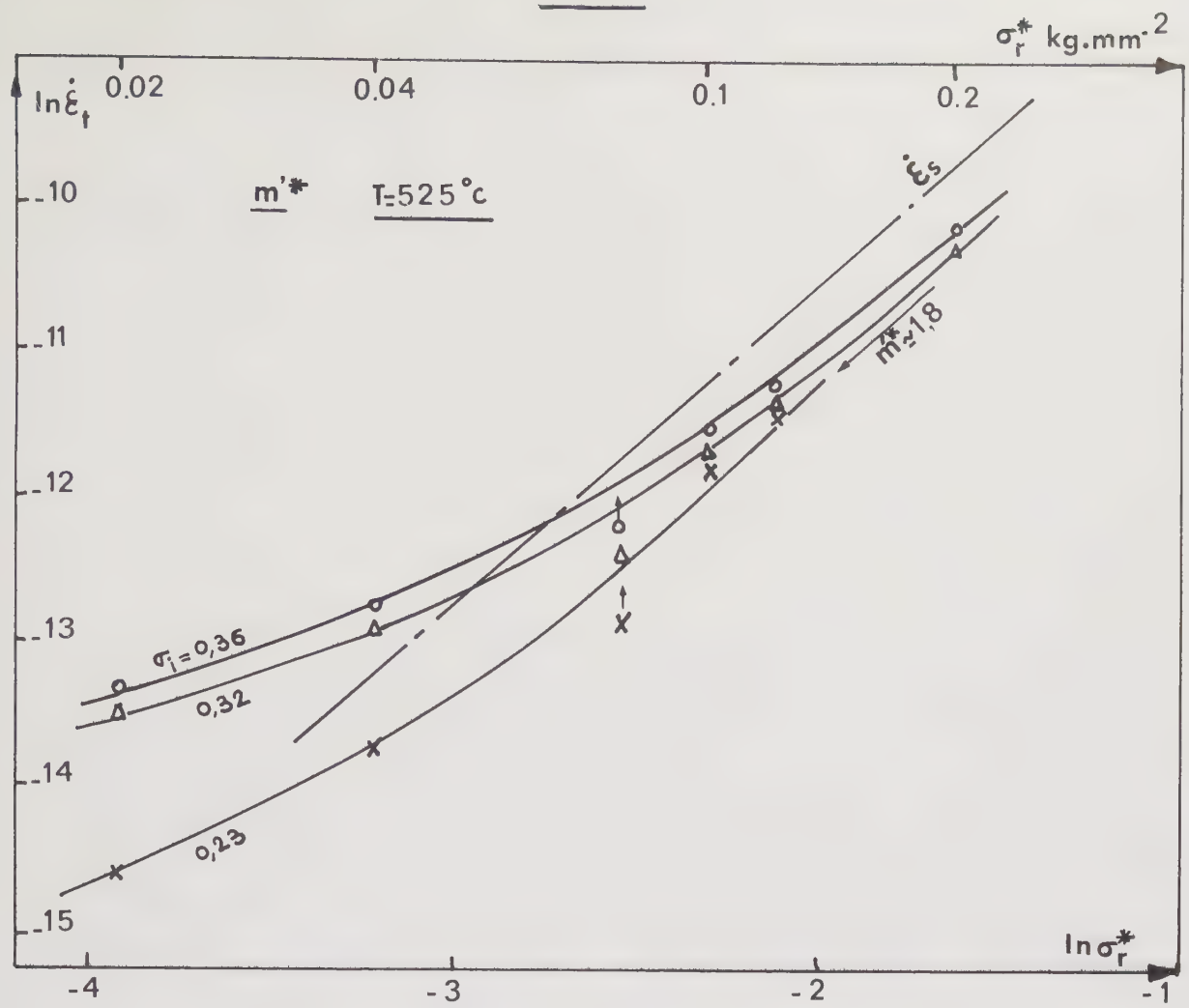
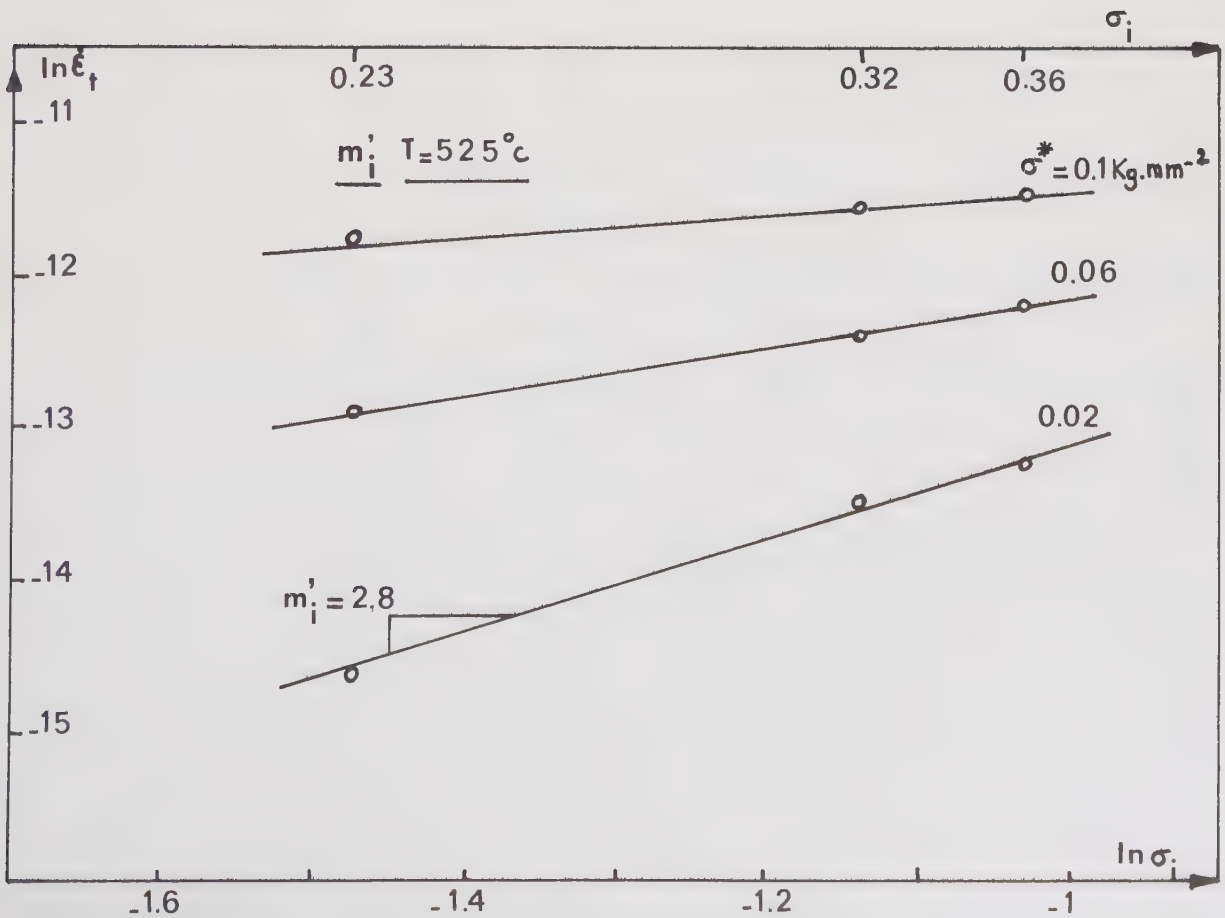


fig ; 44


σ_r^* kg.mm^{-2}
0.02
0.04
0.1
0.2
$\ln \dot{\varepsilon}_f$
-10
-11
-12
-13
-14
-15
m'*
T=525°c
$\dot{\varepsilon}_s$
$m^* \simeq 1,8$
$\sigma_i = 0,36$
0,32
0,23
$\ln \sigma_r^*$
-4
-3
-2
-1


σ_i
$\ln \dot{\varepsilon}_f$
0.23
0.32
0.36
-11
-12
-13
-14
-15
m_i'
T=525°c
$\sigma^* = 0.1$ Kg.mm^{-2}
0.06
0.02
$m_i' = 2,8$
$\ln \sigma_i$
-1.6
-1.4
-1.2
-1

Pour ce qui est de m'_i sa valeur positive évolue avec la contrainte effective et la température. m'_i est de l'ordre de 3 pour $\sigma^* = 0,1$ kg/mm^2 et T = 485°C. Cette valeur a été confirmée directement à l'aide de la première méthode qui donne une valeur $m'_i \simeq 2,3$ pour T = 505°C. Ce paramètre est positif, ce qui montre que la contrainte interne joue un rôle actif durant le fluage, mais est en désaccord avec l'hypothèse que m'_i est directement lié à la densité de dislocations mobiles. En effet, d'après Nix et coll. [22], l'équation d'Orowan (4) peut s'écrire $\varepsilon^\circ = \psi b \rho_o v_o \sigma_i^{m'_i} \sigma^{*m'^*}$ car $\rho_m = \rho_o \sigma_i^{m'_i}$, $v = v_o \sigma^{*m'^*}$, donc m'_i et m'^* sont les paramètres de sensibilité de la densité de dislocations mobiles à la contrainte interne et de la vitesse de glissement des dislocations à la contrainte effective ($m'^* = m^*_v$). Or toutes les observations au microscope électronique montrent que ρ_m décroit durant le primaire normal, donc m'_i devrait être négatif. La valeur positive trouvée montre que l'hypothèse $\rho_m = \rho_o \sigma_i^{m'_i}$ n'est pas valable et que σ_i représente un terme de structure plus complexe $F(\sigma_i, T)$ telle que l'évolution des densités totale et mobile des dislocations, du diamètre des sous joints, de leur désorientation etc...

Nous pouvons interpréter phénoménologiquement l'évolution de la vitesse de fluage primaire à l'aide de la relation :
$\varepsilon^\circ = \psi b\, F(\sigma_i, T)\, v(\sigma^*, T)$ analogue à (4) avec $F = F_o \sigma_i^{m'_i}$ et $v = v_o \sigma^{*m'^*}$

d'où $\varepsilon^\circ = \rho b\, F_o\, v_o\, \sigma_i^{m'_i} \sigma^{*m'^*}$. En différentiant par rapport au temps

nous obtenons $\frac{d\varepsilon^\circ}{dt} = \psi b\, F_o v_o \frac{d\sigma_i}{dt} \sigma_i^{m'_i - 1} (\sigma - \sigma_i)^{m'^* - 1} \left[m'_i(\sigma - \sigma_i) - m'^* \sigma_i\right]$,

soit le signe de $\frac{d\varepsilon^\circ}{dt}$ = signe de $\left[m'_i(\sigma - \sigma_i) - m'^* \sigma_i\right] \frac{d\sigma_i}{dt}$. Comme $\frac{d\sigma_i}{dt}$

est positif et que les valeurs expérimentales de m'^*, m'_i, σ et σ_i

sont telles que l'on a toujours $\sigma_i > \frac{m'_i \sigma}{m'_i + m'^*}$, cela entraîne $\frac{d\varepsilon^o}{dt} < 0$ ce qui confirme l'allure des courbes $\bar{\varepsilon} = f(t)$ et l'existence d'un fluage primaire pour cet alliage.

II.2.7 - INTERPRETATIONS.

Généralement les théories du fluage à haute température peuvent se classer en deux catégories de modèles (chap.I), ceux du fluage restauration et ceux basés sur le glissement thermiquement activé des dislocations. Seuls quelques modèles [4] [16] [17] incorporent simultanément ces deux mécanismes, c'est-à-dire qu'aucun d'eux ne peut contrôler complètement la vitesse de fluage. On peut remarquer que ces derniers modèles tendent vers les précédents lorsque l'une des deux composantes peut être négligée devant l'autre ; ainsi lorsque $\sigma_i \simeq \sigma$, la vitesse de fluage est contrôlée par la restauration qui réduit la contrainte interne, les obstacles locaux ne jouant aucun rôle, alors que pour $\sigma^* \simeq \sigma$ le rôle de ces obstacles est dominant, la majeure partie de la contrainte agit sur les dislocations et la vitesse est commandée par le glissement.

Selon Nix et coll [17] [22] [23] on peut séparer l'écrouissage de la restauration en décrivant le fluage en termes soit de contrainte effective, soit de contrainte interne, toutes deux mesurées par les techniques décrites précédemment, ce que nous avons fait expérimentalement. Cette description n'est valable que si les équations d'états (38) données par Saxl et Kroupa [21] sont définies, c'est-à-dire si les variables σ, σ^* et σ_i sont telles que $(\frac{\partial \sigma^*}{\partial \sigma})_T \neq 0$ et $(\frac{\partial \sigma_i}{\partial \sigma})_T \neq 0$.

Pour Cadek et coll [19] [20] [47], on ne peut décrire simultanément ces deux processus, du moins si la contrainte interne est mesurée par ces techniques, et les deux seules variables à considérer conduisant respectivement à la restauration et à l'écrouissage (glissement) sont la contrainte externe et la contrainte effective. Ceci est étayé par le fait que beaucoup d'expériences ont été interprétées en

termes de contrainte appliquée et que l'énergie d'activation apparente Q observée est souvent voisine de celle de l'autodiffusion ΔH_o. Ce phénomène doit également se produire lorsque la contrainte effective est indépendante de la température. Dans ce cas on peut décrire le fluage soit en termes de glissement conduit par la contrainte effective, soit en termes de restauration conduite par la contrainte appliquée.

On s'aperçoit alors que le choix des variables dépendantes est primordial et les résultats obtenus précédemment sont discutés au regard des différentes théories.

Les variables σ_i, σ et T ne sont pas dépendantes sur tout le domaine de l'étude, il semble alors difficile d'attribuer à la contrainte interne déterminée expérimentalement un mécanisme physique précis, entre-autre celui de la restauration. Le rôle joué par cette contrainte n'est pas clair, certes, elle détermine le niveau de contrainte effective, mais comme nous l'avons vu précédemment (II.2.6), elle joue un rôle actif durant le fluage. Ceci peut être en accord avec Saxl [21] qui pense que la contrainte interne déterminée par les techniques précédentes ne représente que la composante du tenseur des contraintes internes dans le plan et la direction de glissement, et que dans ce cas la grandeur mesurée ne reflète que l'effet de la contrainte interne vraie à longue distance sur le mouvement des dislocations. Son rôle est d'autant plus important que la contrainte interne vraie est grande.

Par contre, les variables σ, σ^* et T sont bien dépendantes sur le domaine étudié et peuvent alors servir à la description du fluage stationnaire.

En ce qui concerne les énergies d'activation, les résultats de la figure 31 montrent une forte dépendance de l'énergie apparente Q avec la contrainte appliquée σ et la température T. On constate que pour les fortes contraintes, l'énergie Q varie peu avec la température et la contrainte (2,3 eV pour 2 et 1,6 kg/mm^2 quelle que soit la température) alors qu'aux faibles contraintes cette dépendance s'accentue

(4 à 5,7 eV pour 0,26 kg/mm^2). On peut expliquer ces phénomènes en comparant les résultats des figures 31 et 40 b. Si la contrainte appliquée croit, σ_i sature donc $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ tend vers zéro. Les rapports $\frac{\sigma^*}{\sigma} = 1 - \frac{\sigma_i}{\sigma}$ convergent parce que l'on tend vers une contrainte effective largement prépondérante donc $Q \to Q^*$ et l'égale exactement lorsque $(\frac{\partial \ln \sigma^*}{\partial \ln T})_\sigma = 0$. D'autre part, lorsque la contrainte effective est importante le terme $kT^2 \frac{m^*}{\sigma^*} (\frac{\partial \sigma^*}{\partial T})_\sigma$ (formule 41a) est faible et Q doit approcher Q^* de cette même quantité. L'estimation de ce terme pour σ = 1,6 kg/mm^2 entre 485°C et 505°C donne environ 0,6 eV ce qui est parfaitement en accord avec la différence $Q - Q^* \simeq 0,5$ eV (Q^* étant égale à 1,8 eV). Par contre, à très faible contrainte et haute température ce terme devient très important ; par exemple pour 0,4 kg/mm^2 et 550°C il approche 2,6 eV, ce qui doit donner une énergie Q de l'ordre de 4,4 eV, ce qui se vérifie assez bien.

L'énergie apparente Q^* ne peut approcher l'enthalpie de glissement des dislocations $\Delta H_o = (\frac{\partial \ln v}{\partial - \frac{1}{kT}})_{\sigma^*}$ (équation 24) qu'au terme de structure près. En effet d'après l'équation (26) on doit avoir ;

$$Q^* = \Delta H_o + (\frac{\partial \ln \rho m}{\partial - \frac{1}{kT}})_{\sigma^*} - \bar{A}^* b\sigma^* \left|1 - (\frac{\partial \ln A^*}{\partial \ln T})_{\sigma^*}\right| \text{cth} \frac{\bar{A}^* b\sigma^*}{kT} \qquad (61)$$

D'après Cadek et al [24], la dépendance de la densité de dislocations mobiles avec la température est complètement négligeable, donc Q^* approche ΔH_o au terme hyperbolique près. L'estimation de ce terme montre qu'il est faible et prend une valeur proche de 0,1 eV dans le domaine expérimental étudié. L'enthalpie ΔH_o du processus de déformation est donc de 1,9 eV, ce qui est en parfait accord avec la valeur de l'enthalpie de diffusion du silicium dans l'aluminium qui est de 1,95 eV [52].

La valeur de $m^* \simeq 2,3$ est en accord avec celles obtenues pour les solutions solides Al 5,5 % Mg, $m^* \simeq 2,2$ [47] et Fe 3 % Si, $m^* = 2$ [18]. Cet exposant m^* est en fait d'après l'équation (26) la somme

de deux termes, soit $m^* = m^*_\rho + \frac{A^* b\sigma^*}{kT} \text{cth} \frac{\bar{A}^* b\sigma^*}{kT}$ (62)

et peut s'écrire pour les valeurs de :

$$\frac{\bar{A}^* b\sigma^*}{kT} << 1 \ , \ m^* = m^*_\rho + 1. \qquad (63)$$

Pour les rapports $\frac{\bar{A}^* b\sigma^*}{kT} > 1,5$, l'expression (62) se réduit à :

$$m^* = m^*_\rho + \frac{A^* b\sigma^*}{kT} \ ,$$

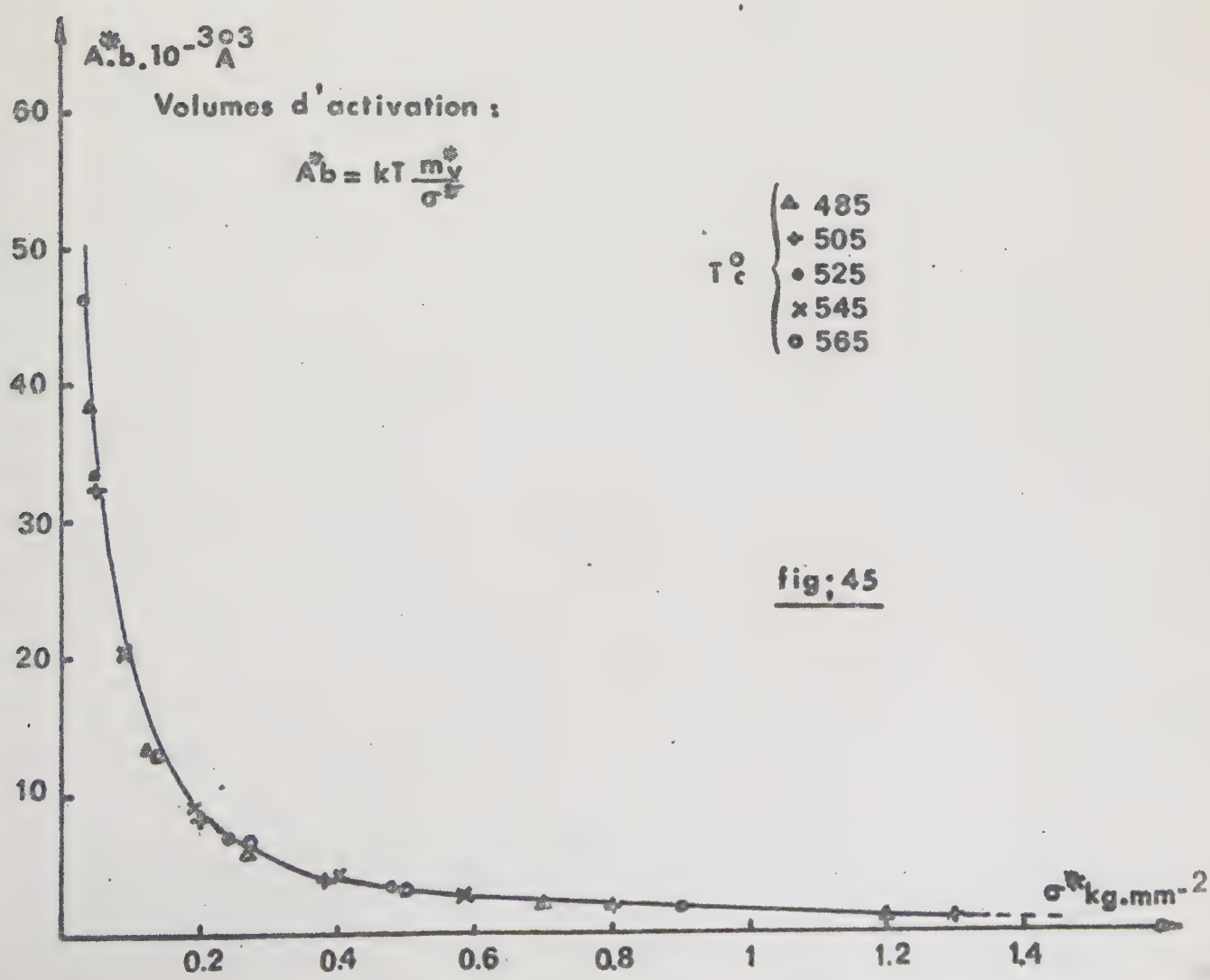
soit d'après l'équation (23), $m^* = m_\rho^* + m^*_v$ (32). Le paramètre m^* caractérise la somme de la dépendance de la densité de dislocations mobiles et de la vitesse de celles-ci avec la contrainte effective à température constante. L'estimation de ces deux termes est difficile et seule : $m^*_\rho = (\frac{\partial \ln \rho m}{\partial \ln \sigma^*})_T$ peut être mesurée directement au microscope électronique si l'on admet que $\frac{\rho_m}{\rho}$ = Cte (chap. I).

Ainsi pour Al 5,5 % Mg, $m^*_\rho = 0,74 \pm 0,08$ [51] et pour le Fe 3 % Si $m^*_\rho \simeq 1,05$ [19] ou 1,3 [18], cet exposant est donc voisin de l'unité. La valeur de 2,3 trouvée pour m^*, étant proche de celle de la solution solide Al 5,5 % Mg, nous sommes tentés de dire que dans le cas présent m^*_ρ doit être proche de la valeur trouvée pour cet alliage. Cette hypothèse peut être envisagée du fait que si malgré sa faiblesse, la variation de la densité de dislocations mobiles avec la température n'est pas négligée et que si m^*_ρ est indépendant de la contrainte effective et de la température, on doit avoir $(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial \ln T})_\sigma = m^*_\rho (\frac{\partial \ln G}{\partial \ln T})_{\sigma^*}$ (63) car il est généralement admis que $\frac{\rho}{G}$ est indépendant de la température. Comme ρ_m décroît avec la température et varie grossièrement en 1/T, on a $(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial \ln T})_\sigma = -1$. Le rapport $(\frac{\partial \ln E}{\partial \ln T})$ étant égal à -1,25 dans notre cas, on doit avoir $m^*_\rho \simeq 0,8$. Cette valeur est en parfait accord avec celle de 0,74 déterminée pour Al 5,5 % Mg.

Remarque : avec ces hypothèses, on vérifie, du moins pour les fortes contraintes la faible valeur du terme $\left(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial - \frac{1}{kT}\sigma^*}\right)$ qui est de l'ordre de 0,08 eV.

Dès lors on peut dire que le paramètre de sensibilité de la vitesse des dislocations à la contrainte effective est de l'ordre de 1,5, valeur proche de celle de $m'^* \simeq 1,8$ aux incertitudes et au terme $\left(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial \ln \sigma^*}\right)_{\sigma_i, T}$ près.

Nous pouvons maintenant évaluer le volume et l'aire d'activation à l'aide de la relation (30) $A^* b = kT \frac{m^*_v}{\sigma^*}$, en prenant $m^*_v \simeq 1,6$ constant. Ces grandeurs sont inversement proportionnelles à la contrainte effective. Le paramètre de la maille d'aluminium étant de l'ordre de 4A°, l'aire d'activation passe de 77 b^2 pour $\sigma^* = 1,3$ kg/mm^2 à 2800 b^2 pour $\sigma^* = 0,036$kg/mm^2. Cette dépendance quasi hyperbolique est en désaccord avec celle qui dérive du profil sinusoïdal de l'énergie libre (chap. I - fig.8) et peut s'expliquer par le fait que ce profil n'est pas unique, mais essentiellement fonction de $1/\sqrt{\rho}$.



fig;45

Comme la densité de dislocations ρ est une fonction croissante de la contrainte effective, il faut donc définir un profil pour une structure de dislocations fixe. L'aire d'activation déterminée expérimentalement est la somme d'une série d'aires telle que celle de la figure 8, chacune étant relative à une structure fixe ($\frac{1}{\sqrt{\rho}} = C^{te}$) |13||14|.

La valeur de l'enthalpie, $\Delta H_o \simeq 1,9$ eV, étant égale à celle de la diffusion,du silicium dans l'aluminium et la valeur de $m^* \simeq 2,3$ étant proche de celles trouvées pour quelques solutions solides, quelles que soient la température et la contrainte, on peut décrire le fluage de cet alliage en terme de glissement visqueux des dislocations par dragage des atomes de silicium dans la solution solide riche en aluminium à 1,7 % de Si (l'énergie d'intéraction dislocation atomes de Si est de l'ordre de 0,17 eV). Ceci est en accord avec les différentes observations micrographiques (fig.23). Lorsque σ^* est de l'ordre de σ, (hypothèses du modèle de Weertman pour les solutions solides), c'est-à-dire pour les fortes contraintes et hautes températures, on trouve bien un exposant m voisin de 3, le glissement étant plus lent que la montée. Pour les très fortes contraintes (domaine non étudié, $\sigma > 2$ kg/mm^2) m^* doit donc augmenter pour venir égaler m (ce fait est visible sur la figure 51).

Par contre, pour les faibles températures et contraintes, la montée des dislocations semble la plus lente ($m \simeq 5$), mais il est difficile de préciser le mécanisme exact de restauration, car la contrainte interne mesurée ne peut être celle qui est responsable d'une restauration de la structure. De toute façon, celle-ci ne peut s'effectuer que par un mécanisme de diffusion.

III.3 - ETUDE EN RELAXATION.

Pour les faibles contraintes il semble que le paramètre $m = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^{o}_{S}}{\partial \ln \sigma}\right)_T$ augmente d'une manière significative. Nous avons voulu vérifier ce phénomène et avons pensé aux essais de relaxation de contrainte, qui semblent bien appropriés aux mesures des faibles vitesses [54] [55].

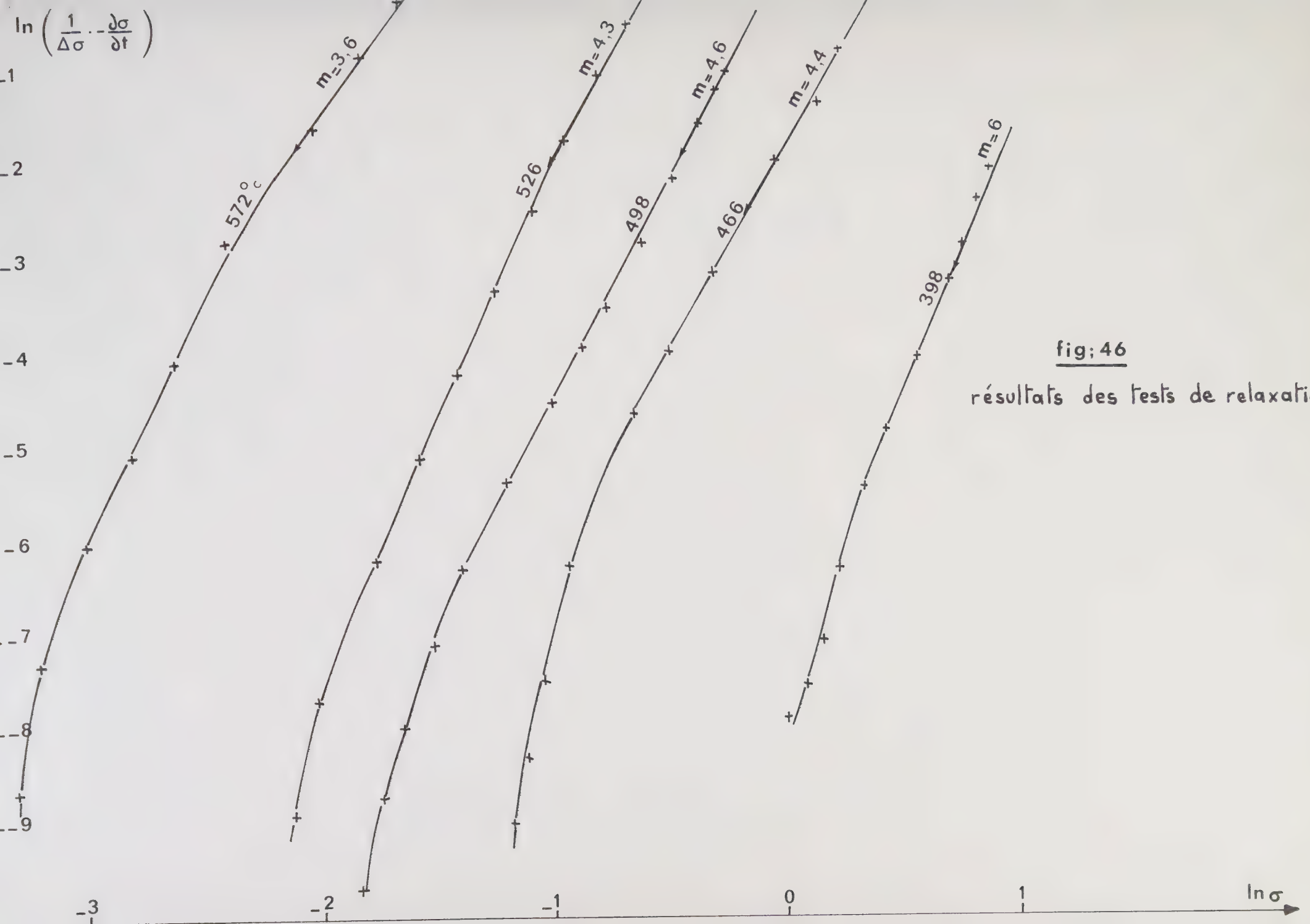
a) MODE DE DEPOUILLEMENT :

Comme nous l'avons mentionné précédemment les essais sont réalisés sur machine Instron (chap.II), le diamètre des éprouvettes est réduit à 1 mm pour augmenter la raideur relative de la machine et le dépouillement très précis est réalisé sur calculatrice Hewlett-Packard modèle 9830 A reliée à une table traçante. Le programme permet de tracer directement les courbes $\frac{\sigma_o - \sigma_t}{\sigma_o}$, et $Y' = \frac{1}{\sigma_o - \sigma_f} \left(\frac{d\sigma}{d \ln t}\right)$ en fonction du temps, en ayant rentré une trentaine de valeurs expérimentales de la contrainte instantanée σ_t obtenues sur la courbe de relaxation. Les termes σ_o et σ_f représentent les contraintes au début et à la fin de l'essai ($\Delta\sigma = \sigma_o - \sigma_f$).

Les opérations se décomposent de la manière suivante :

- entrée des contraintes initiale σ_o et instantanée σ_t,
- recherche des polynômes d'approximation de degré 10, 9, 8 et 7 qui passent au mieux par tous les points donnés,
- calcul de la dérivée Y' du polynôme choisi,
- tracé de la courbe Y' sur papier logarithmique.

La méthode donne de bons résultats inacessibles par une méthode de dépouillement manuelle.



fig; 46

résultats des tests de relaxation

b) RESULTATS :

Le réseau de la figure 46 représente quelques résultats des essais de relaxation à différentes températures après une vitesse de traction de 4.10^{-2} min^{-1} et une déformation rationnelle de 0,02. La relaxation presque totale pour ces températures montre que le comportement de cet eutectique est essentiellement viscoélastique - fig.47 -

Dans ce cas la déformation s'écrit $\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2$ avec $\varepsilon_1 = \frac{\sigma}{E}$ et $\varepsilon^\circ_2 = K\sigma^m$; $\varepsilon^\circ = \frac{\sigma^\circ}{E} + K\sigma^m$ (64). Pour la relaxation :

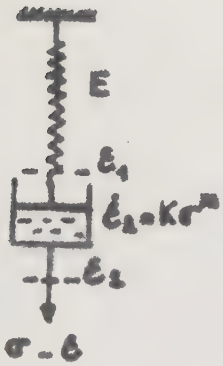


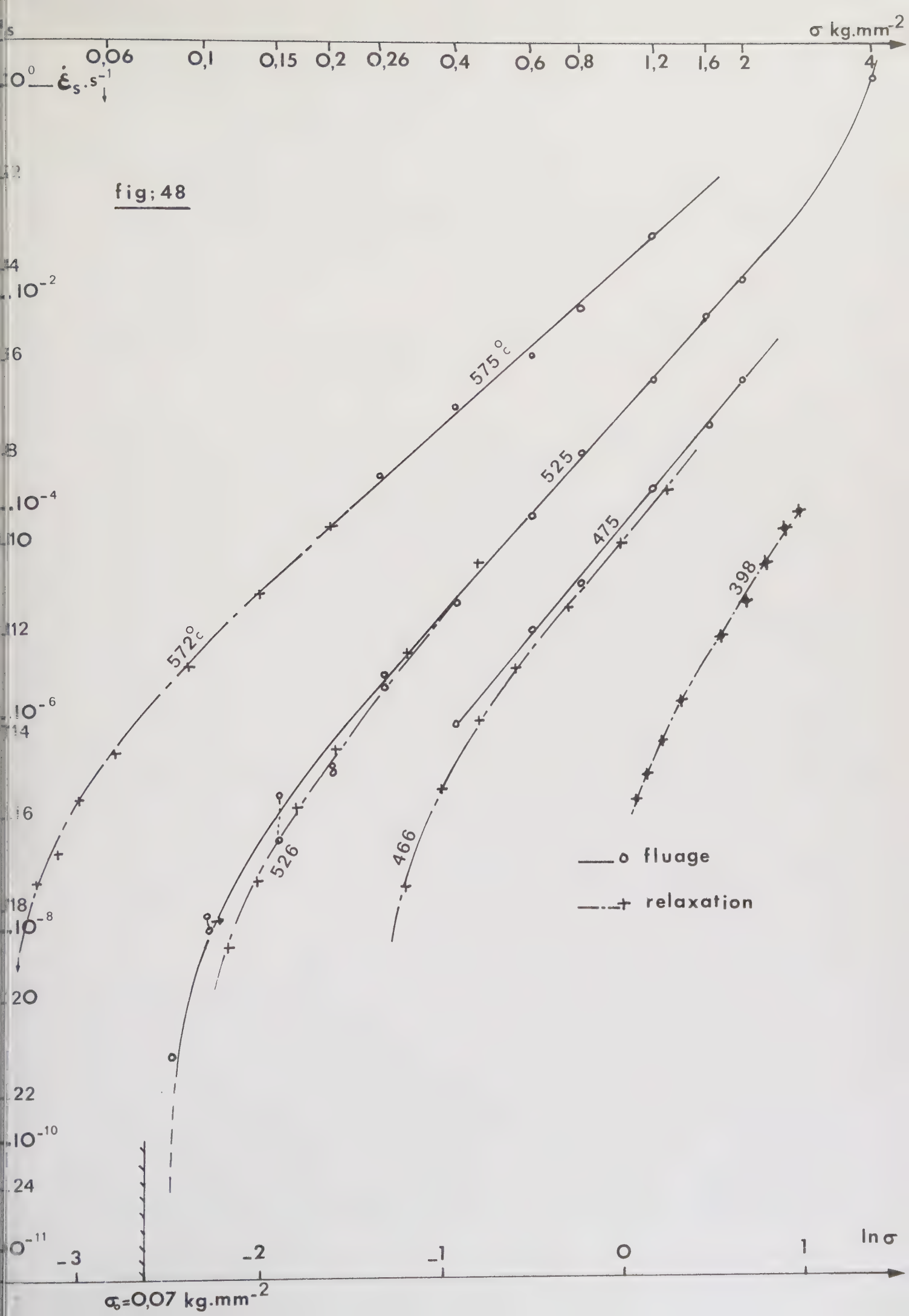
fig.47

$$\varepsilon^\circ = 0 \text{ donc } -\frac{\sigma^\circ}{E} = K\sigma^m = \varepsilon^\circ_2 . \qquad (65)$$

Pour vérifier l'exactitude de ce modèle nous avons effectué des essais de fluage à très faibles contraintes ($\sigma < 0,26$ Kg/mm^2) pour T = 525°C et les avons comparés à ceux obtenus en relaxation. Le module étant connu, la vitesse est donnée par $\varepsilon^\circ = \frac{\sigma^\circ}{E}$. L'accord entre les différents essais est excellent (fig. 48) et confirme d'une part leur complémentarité et d'autre part le fléchissement de la courbe $\ln \varepsilon^\circ_S = f(\ln\sigma)$ pour les faibles contraintes. La valeur de m passe d'une valeur finie de l'ordre 4,4 à une valeur quasi infinie (fig.46) $m = \left(\frac{\partial \ln - \frac{1}{\Delta\sigma}\frac{\partial\sigma}{\partial t}}{\partial \ln\sigma}\right)_T$ et fig.48 : $m = \left(\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_S}{\partial \ln\sigma}\right)_T$. Pour d'autres températures la continuité se vérifie également.

c) EXISTENCE D'UN SEUIL D'ECOULEMENT "σ_o" :

Le comportement précédent est typique d'un solide de "Bingham" (chap.I) et peut s'expliquer par l'existence d'un seuil d'écoulement σ_o au-dessous duquel la déformation ne s'effectue plus. Dans ce cas


σ kg.mm-2
0,06
0,1
0,15
0,2
0,26
0,4
0,6
0,8
1,2
1,6
2
4
ε̇s.s-1
fig; 48
575 °c
525
475
398
572 °c
526
466
fluage
relaxation
ln σ
-3
-2
-1
0
1
σ0=0,07 kg.mm-2

$$\varepsilon^{\circ} = K(\sigma - \sigma_o)^{m'} \qquad (66)$$

et le dépouillement des essais de relaxation permet d'accéder aux grandeurs m' et σ_o [55]. En effet, l'équation (65) peut se réécrire :

$$\frac{\sigma^{\circ}}{E} = - K(\sigma - \sigma_o)^{m'} \qquad (67)$$

donc si l'on trace : $\left(\frac{1}{\frac{d \ln - \frac{\partial\sigma}{\partial t}}{d\sigma}}\right)_T$ en fonction de la contrainte, on obtient

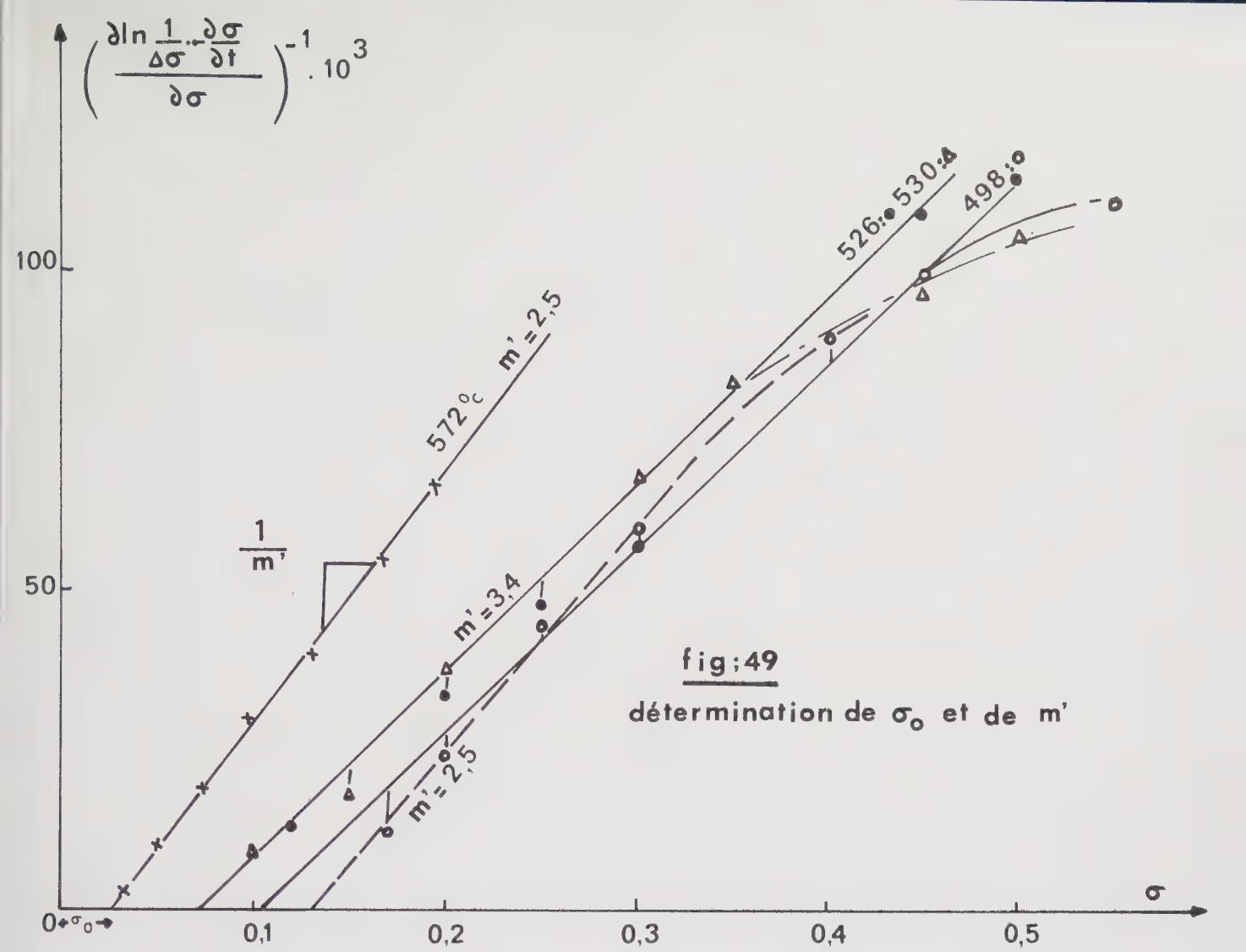
une droite dont la pente donne $\frac{1}{m'}$ et l'intersection avec l'axe des abscisses, la grandeur σ_o. Ces calculs ont été réalisés pour différentes températures et les résultats sont représentés sur les figures 49. On remarque que d'une part ce seuil est toujours très faible et que d'autre part il décroît avec la température pour pratiquement s'annuler au point de fusion de l'alliage ($\sigma_o \simeq 0,025$ pour 572°C).

Le report de la valeur trouvée pour 525°C (σ_o=0,07Kg/mm^2) sur le réseau 48 montre son accord avec l'aspect de la courbe $\ln \varepsilon^{\circ}_S = f(\ln\sigma)$ déterminée en fluage pour cette même température.

La valeur finie de m' de l'ordre de 3,4 montre la validité de notre hypothèse sur l'existence d'un seuil, cette valeur étant par ailleurs proche de celle déterminée en traçant $\ln\varepsilon^{\circ}_S = f(\ln(\sigma-\sigma_o))$ (fig.51:m' ≃ 3,5). La valeur de m' n'est pas toujours définie d'une manière précise.

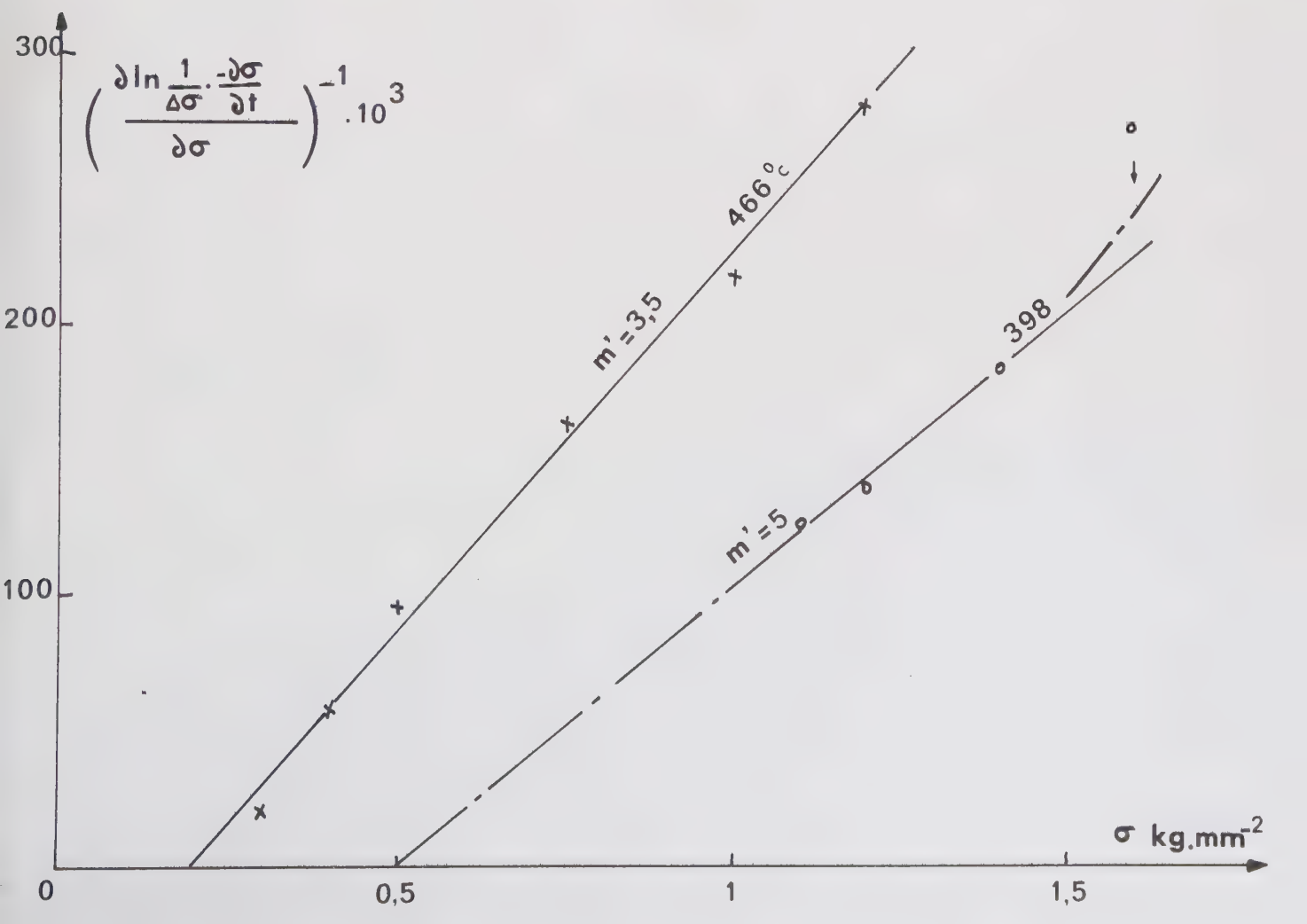
d) IDENTIFICATION DE CE SEUIL A LA CONTRAINTE INTERNE DETERMINEE PAR LA METHODE DU FLUAGE NUL.

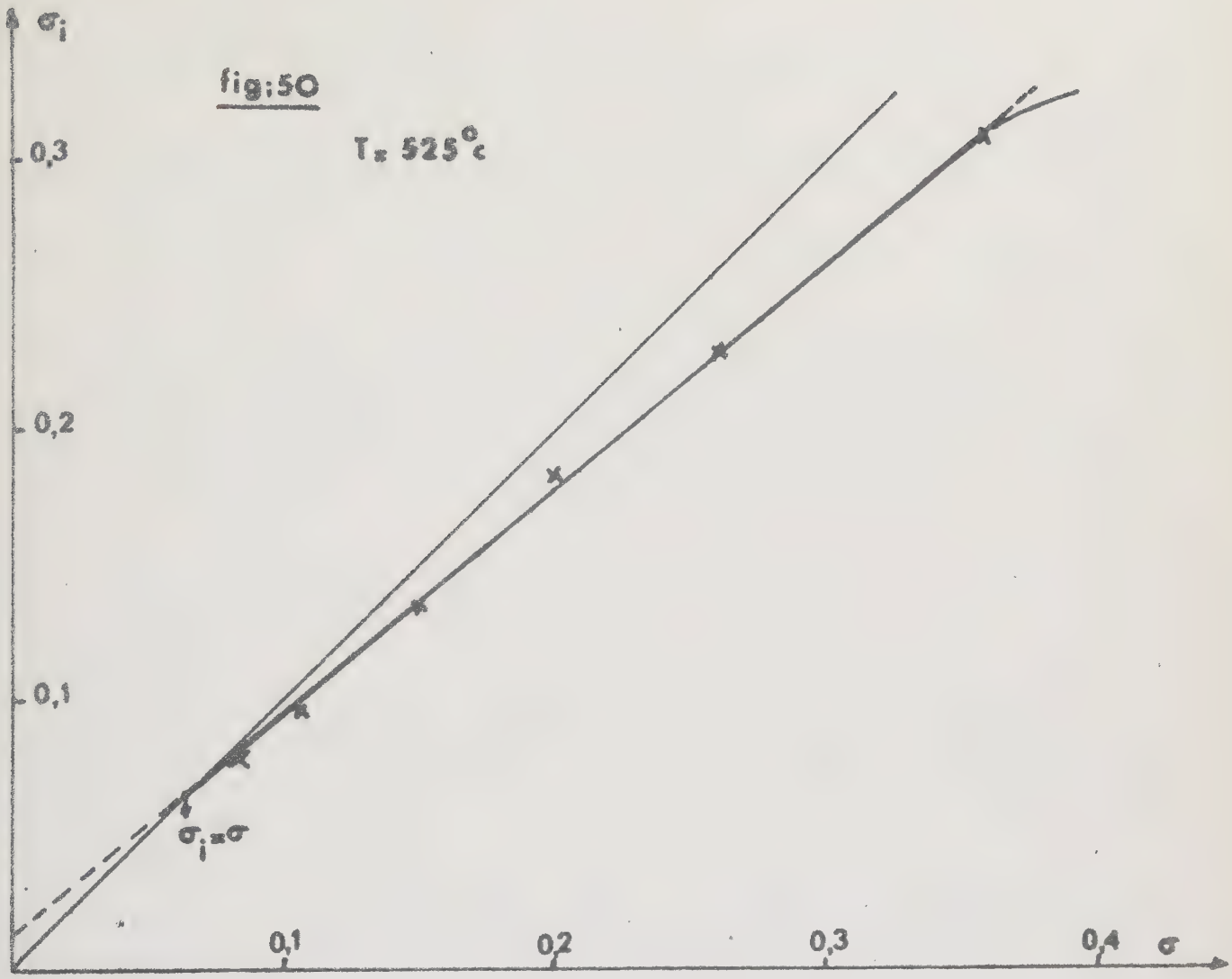
L'évaluation de la contrainte interne par la méthode du fluage nul pour le domaine des très faibles vitesses de déformation (T=525°C et σ <0,26 Kg/mm^2) montre que le rapport $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ est très proche de l'unité ; par exemple $\frac{\sigma_i}{\sigma} \simeq 0,92$ pour 0,2 Kg/mm^2. On note que sa détermination est délicate, le coefficient d'amplification est élevé, K ≃ 125 000 et les décréments de charge sont de l'ordre de 100 gr. Cependant, si l'on trace $\sigma_i = f(\sigma)$ (fig.50) pour ce même domaine on s'aperçoit d'une part qu'il existe une relation sensiblement linéaire entre ces deux grandeurs et que d'autre part cette droite semble couper la première bissectrice, donc que pour une certaine contrainte,



fig;49

détermination de σ_0 et de m'





$\sigma = \sigma_i$, la déformation cesse. La valeur de cette contrainte est de l'ordre de 0,06 kg/mm^2 ce qui correspond bien avec la valeur σ_o = 0,07 kg/mm^2 déterminée en relaxation.

En outre, la variation du seuil σ_o avec la température doit être rapprochée de celle de la contrainte interne, avec cette même grandeur.

Il semble bien alors, que "σ_o" soit simplement la valeur seuil de la composante de la contrainte interne σ_i, s'opposant au glissement des dislocations. Pour une contrainte inférieure à ce seuil, toute la contrainte s'applique à réduire la contrainte interne par restauration et la

contrainte effective est nulle, donc $\varepsilon^{\circ} = \alpha b \rho_m v_o \sigma^{*m^*} v = 0$.

A l'aide de la relation explicitant la déformation plastique, l'équation (65) peut s'écrire :

$$- \sigma^* = \psi E b \rho_m v_o (\sigma - \sigma_i)^{m^*} v \qquad (68)$$

où $- \sigma^* = A\sigma^{*m^*}$ puisqu'il faut tenir compte de la variation de la densité des obstacles s'opposant au glissement avec la contrainte et la déformation. Dans cette équation $\sigma_i = \sigma_i(\sigma,T)$ et $\sigma^* = \sigma^*(\sigma,T)$ donc la détermination de la figure 49 donne à température constante :

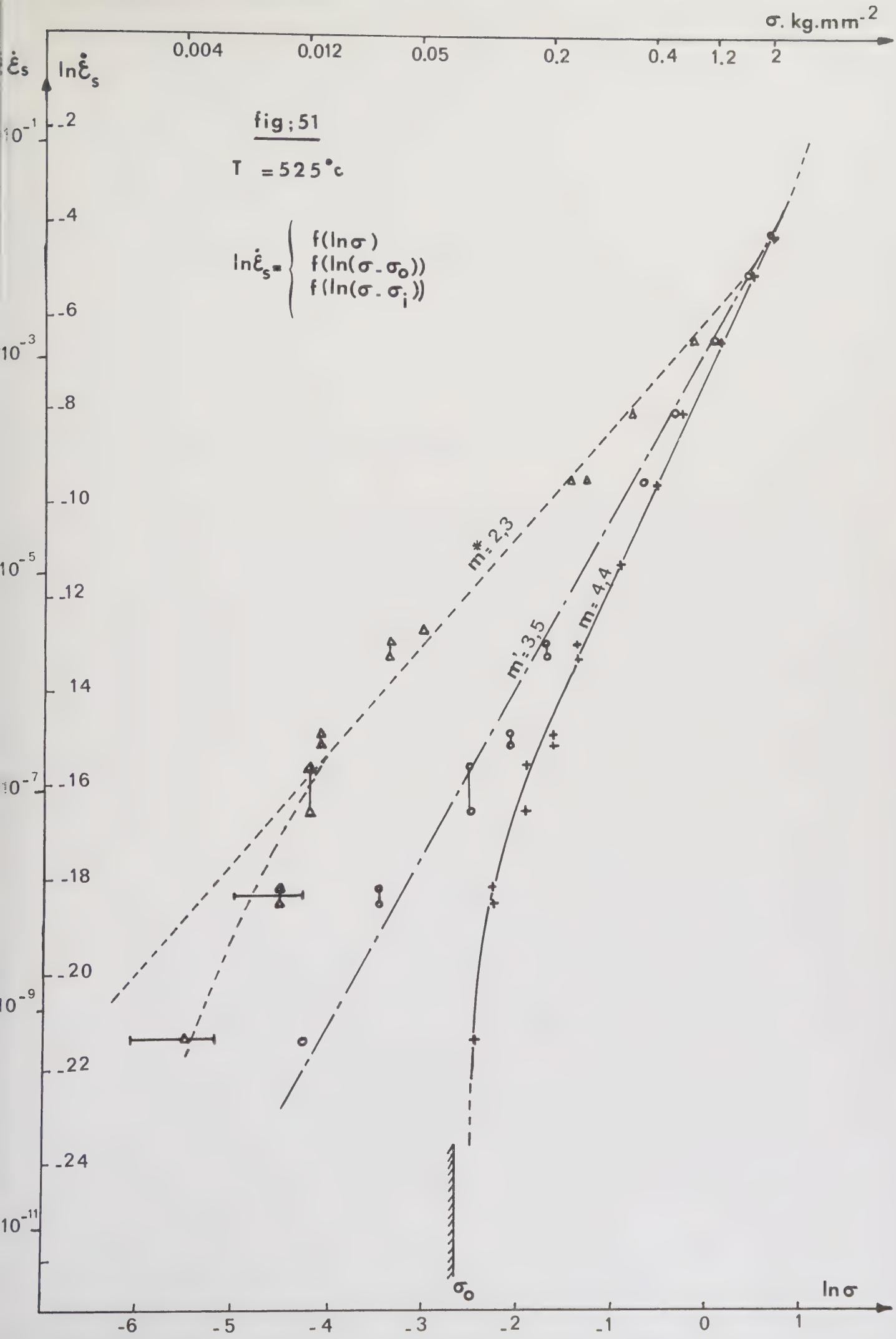
$$\frac{1}{\dfrac{\partial \ln - \dfrac{\partial \sigma}{\partial t}}{\partial \sigma} + \dfrac{\partial \ln \dfrac{\partial \sigma^*}{\partial \sigma}}{\partial \sigma}} = \frac{1}{m^*} \frac{\sigma}{1 - \dfrac{\partial \sigma_i}{\partial \sigma}} - \frac{1}{m^*} \frac{\sigma_i}{1 - \dfrac{\partial \sigma_i}{\partial \sigma}} . \qquad (69)$$

Si l'on connaît la relation existant entre σ_i et σ on doit pouvoir relier m' à m^*. La relation linéaire trouvée pour les faibles contraintes (fig.50), implique que m' doit égaler m^* sur ce domaine.

Les valeurs de m' ≃ 3,4 sont en désaccord avec celles de m^* ≃ 2,3 déterminées en fluage. Ceci peut venir d'une part, des incertitudes dans la mesure de σ_i et d'autre part, de la détermination graphique de m'. Pour 572°C on trouve bien m' ≃ m^* ≃ 2,5 et pour 498°C sa détermination peut donner une valeur voisine de 2,5 (traits en pointillés sur la figure 49).

L'écart à la linéarité, pour les plus fortes contraintes dans la détermination de m', provient uniquement de l'imprécision de l'enregistrement durant la première seconde, en effet environ la moitié de la contrainte se relaxe durant ce laps de temps très court. De plus la stabilité de la température a une importance capitale pour ces essais et peut être une cause d'erreur (ΔT ≃ 0,5°C durant nos essais). Il est possible aussi, pour les très faibles contraintes, que la valeur de m^* augmente sensiblement (fig.51).

En conclusion, il semble que l'on puisse décrire le fluage de cet alliage en termes de contraintes effectives quelque soit le domaine de contraintes utilisées.


σ. kg.mm^{-2}
0.004
0.012
0.05
0.2
0.4
1.2
2
$\dot{\varepsilon}_s$
$\ln\dot{\varepsilon}_s$
fig ; 51
T = 525 °c
$\ln\dot{\varepsilon}_s = \begin{cases} f(\ln\sigma) \\ f(\ln(\sigma - \sigma_o)) \\ f(\ln(\sigma - \sigma_i)) \end{cases}$
10^{-1}
-2
-4
-6
10^{-3}
-8
-10
10^{-5}
-12
14
10^{-7}
-16
-18
-20
10^{-9}
-22
-24
10^{-11}
m* = 2,3
m' = 3,5
m = 4,4
σ_o
ln σ
-6
-5
-4
-3
-2
-1
0
1

III.4 - LA RUPTURE.

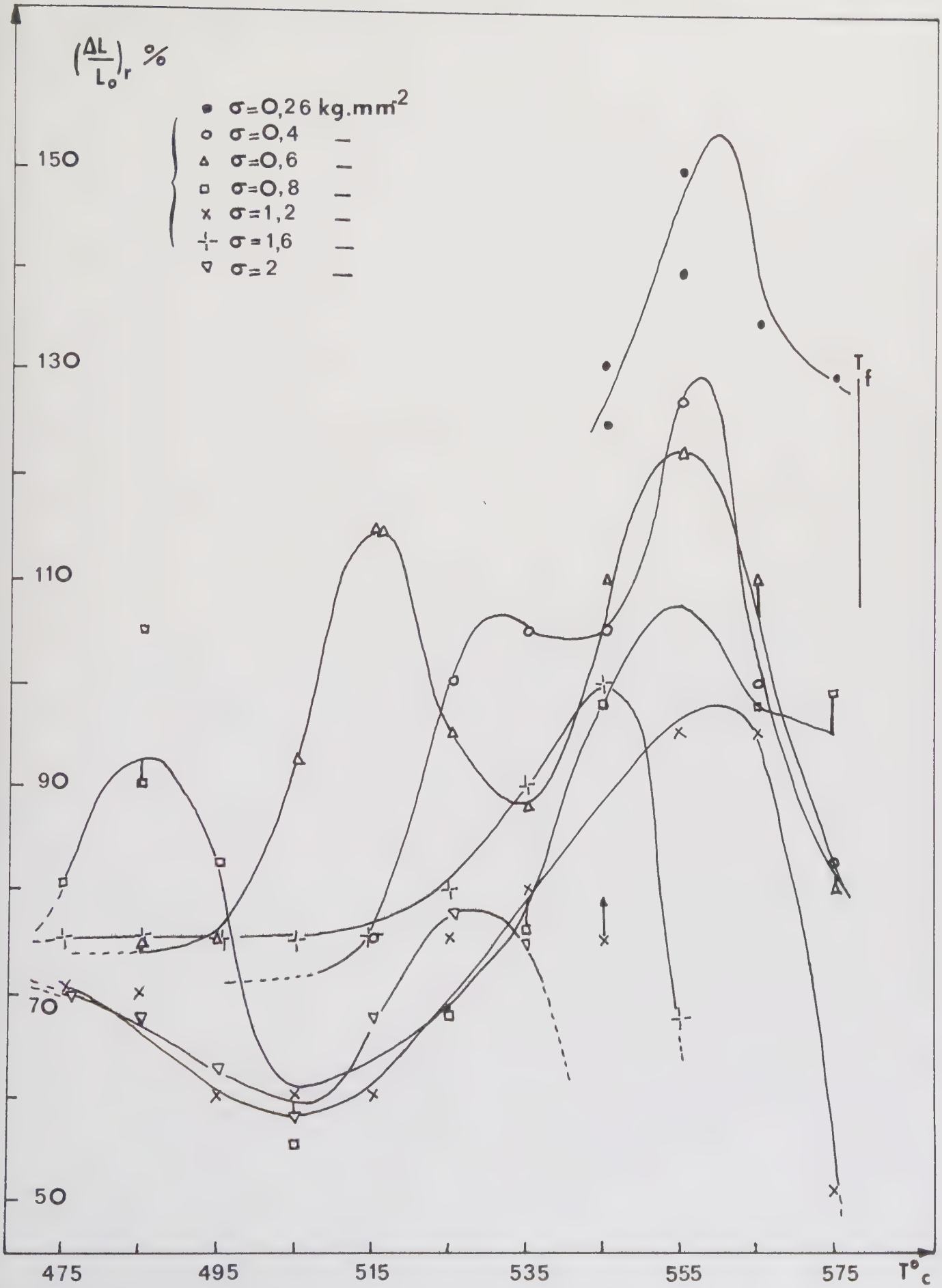
a) DUCTILITE ET FACIES DE RUPTURE.

Après rupture, la surface des éprouvettes à quelque température que ce soit, se présente sous forme cylindrique très régulière avec une structure à grains fins, contrairement aux phases β où le relief et les grains sont très tourmentés. La rupture très sèche, généralement sans striction à faibles contraintes ($\sigma < 1,2$ kg/mm^2) ou avec striction importante pour les contraintes élevées est toujours du type fragile. La présence de microfissures, visibles à l'oeil nu au voisinage de la zone de rupture accrédite la théorie de Griffith sur la rupture fragile [2] basée sur l'existence ou la germination de microfissures.

La variation de la ductilité à rupture en fluage (fig.52) est à associer aux variations du paramètre $n = \frac{1}{m}$ (fig.30) caractérisant l'écoulement du matériau. Aux valeurs de n les plus élevées est associé un maximum de ductilité situé vers 560°C quelle que soit la contrainte. La hauteur de ce pic varie avec la contrainte, plus elle est faible et plus il est aigu. On peut expliquer ces fluctuations de hauteur, d'une part par le fait que les vitesses sont largement différentes ($9 \times 10^{-3} s^{-1}$ pour la plus forte à $3 \times 10^{-5} s^{-1}$ pour la plus faible) et d'autre part parce que la fissuration aux joints triples est favorisée par les fortes contraintes appliquées. Les faibles contraintes favorisent la contribution du glissement aux joints de grains |6|, qui bien qu'assez faible pour notre alliage, favorise la ductilité. La disparition de ce pic pour $\sigma > 1,2$ kg/mm^2 correspond à l'apparition prématurée de la striction.

fig;52

Allongement a la rupture en fonction de la température



Nous avons remarqué une augmentation de l'allongement à rupture (x 1,5) après des tests de décréments de contrainte, la vitesse de fluage secondaire restant rigoureusement identiques à celles des éprouvettes qui n'ont subi aucune variation de contrainte durant l'essai. Ceci est dû à une restauration localisée de la structure, lorsque le test dure trop longtemps.

b) TEMPS MIS POUR LA RUPTURE.

En négligeant une partie de la déformation se produisant durant les stades primaire et tertiaire du fluage, il est possible de relier le temps de rupture (t_r) à la vitesse du stationnaire (ε°_S) par la relation simple :

$$\varepsilon_{rupture} = \varepsilon^\circ_S \cdot t_r \cdot \qquad (70)$$

Si la déformation totale ε_r est indépendante de la contrainte et de la température, le temps de rupture doit être inversement proportionnel à la vitesse. Cette relation se vérifie assez bien, en effet si l'on trace ln t_r en fonction de ln ε°_S (fig.53), on trouve sensiblement une droite dont la pente α est très voisine de l'unité ($-0,9 < \alpha < -1,1$), donc $t_r = A_o \exp \frac{Q}{kT} \sigma^{-m}$.

En fait ε_r n'est pas indépendant de la température ni de la contrainte puisque $(\frac{\Delta l}{l_o})_r$ est fonction de ces deux paramètres, mais ses variations sont amoindries par le fait que l'on en prend le logarithme : lorsque $(\frac{\Delta l}{l_o})_r$ passe de 70 à 150 %, le logarithme n'est multiplié que par 1,17.

La dernière relation n'apporte rien du point de vue physique mais possède un grand intérêt du point de vue technologique, du moins si on peut l'extrapoler pour les temps très longs.

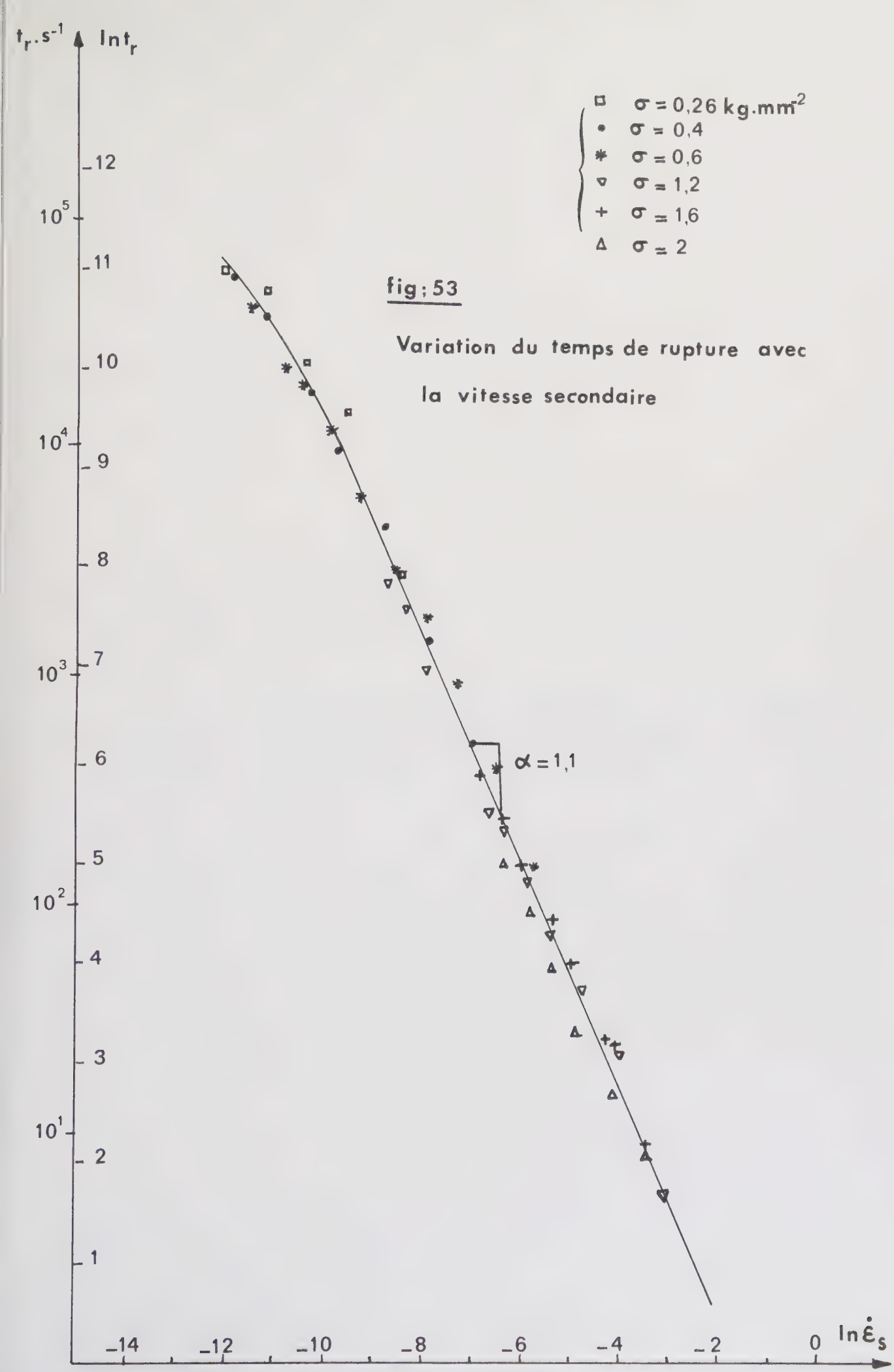


fig ; 53

Variation du temps de rupture avec la vitesse secondaire

III.5 - CONCLUSIONS.

On peut interpréter le fluage stationnaire de l'alliage faiblement superplastique Al-Si par l'intéraction dynamique entre écrouissage et restauration. L'écrouissage est gouverné par le glissement des dislocations, donc interprétable en terme de contrainte effective moyenne σ^*. Le fait que les rapports $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ et $\frac{\sigma^*}{\sigma}$ dépendent de σ et T, entraine que $m \neq m_i \neq m^*$ et que $Q \neq Q_i \neq Q^*$. La valeur trouvée pour $\Delta H_o \simeq 1,9$ eV égale à l'énergie de diffusion de Si dans l'Al, permet de préciser le mécanisme de déformation de la phase riche en aluminium. Le glissement est du type microfluage (Weertman) dans la solution solide Al - 1,7 % Si.

Il est plus difficile de préciser le mécanisme de restauration, de la séquence glissement-montée, la méthode expérimentale utilisée permet en effet de mesurer une composante de la contrainte interne, mais celle-ci ne semble pas être celle qui est responsable de la restauration. Le rôle de la phase globulaire riche en silicium (minoritaire $\simeq$ 10 %) n'est pas clair, mais il semble d'après les observations métallographiques que celle-ci se déforme assez peu car les globules restent sensiblement circulaires.

-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

C H A P I T R E IV

ETUDE DU LAITON "β" (UZ 48)

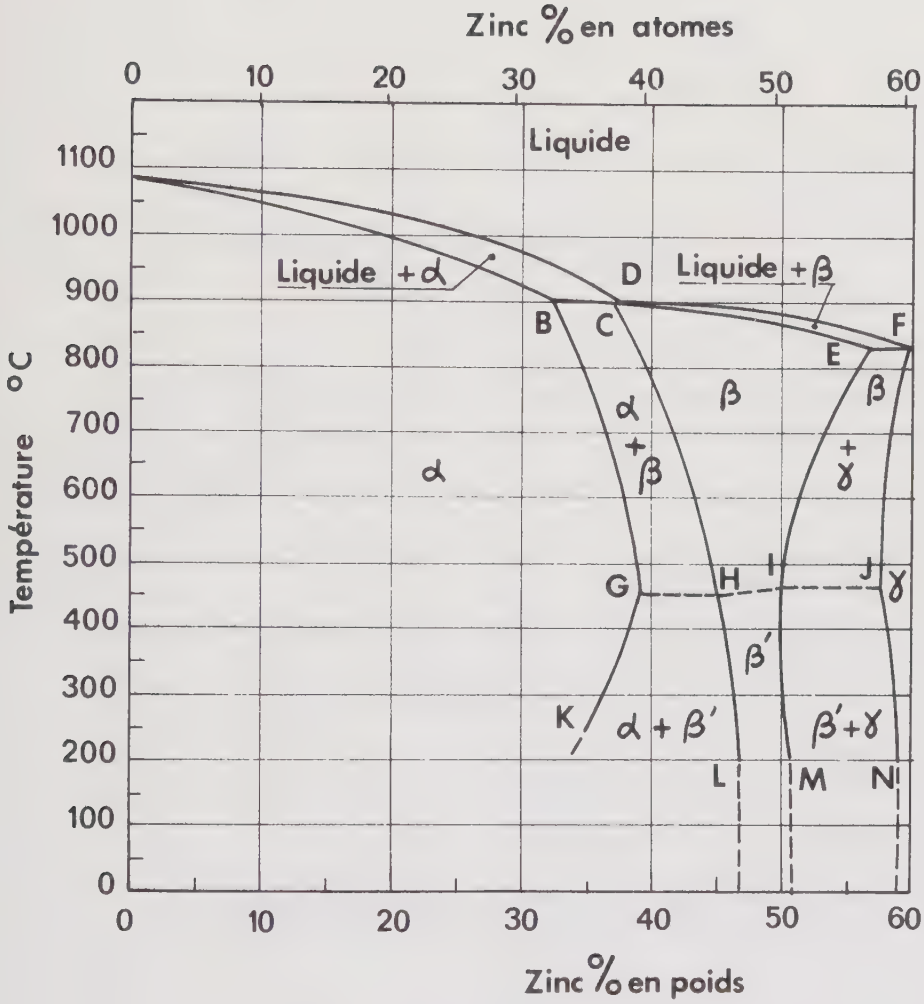
AU VOISINAGE DE LA TRANSFORMATION ORDRE-DESORDRE.

IV - I - INTRODUCTION

Suivant leur teneur en zinc, les alliages binaires Cu-Zn sont monophasés ou biphasés et présentent des propriétés mécaniques très différentes (fig.54). Industriellement, les laitons "β", (47 % < % Zn < 51 %) ne sont pas utilisés à cause de leur fragilité à froid, malgré leur bonne aptitude au formage à chaud.

De nombreux travaux relatifs aux propriétés mécaniques à chaud des différentes nuances de laitons [α + β, β et β + γ] ont été entrepris au laboratoire [34] [35], à la suite des résultats de Presnyakov et Starikova [56] démontrant l'existence d'une transformation induite par les contraintes. Les travaux réalisés confirment l'existence d'une décomposition eutectoïde induite vers 485°C, due à l'instabilité de la phase β.

Cependant, pour le laiton "β" (UZ.48) [34], la croissance paradoxale de l'énergie d'activation apparente Q avec la contrainte reste à préciser. Le but de ce chapitre est d'essayer d'expliquer cette variation inhabituelle, en analysant le fluage à l'aide des deux composantes de la contrainte utilisée au chapitre précédent, au voisinage de la transformation ordre-désordre.



Point	°C	Zn % en poids
A	1083	0
B	902	32,5
C	902	36,8
D	902	37,6
E	834	56,5
F	834	60,0
G	454	39,0
H	454	45,0
I	468	49,7
J	468	57,5
K	250	35,2
L	200	46,6
M	200	50,6
N	200	59,1

Fig. 54 – Diagramme de phases des laitons simples

IV.2 - GENERALITES SUR LA STRUCTURE DES LAITONS "β" ET DE SON INFLUENCE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES.

a) LA TRANSFORMATION ORDRE-DESORDRE.

Le laiton β est une solution solide de zinc dans le cuivre possédant une structure centrée ordonnée à basse température ou surstructure β' ($T < T_c = 464°C$ pour UZ 48) et désordonnée pour les plus hautes températures (fig.54).

Si P_A est la probabilité de trouver un atome A sur un site α (ou $(1 - P_A)$ celle de trouver un atome B sur un site β) et N_A la fraction atomique d'atomes A en solution, on peut définir un paramètre d'ordre :

$$\delta = \frac{P_A - N_A}{1 - N_A} \quad . \qquad (71)$$

L'état désordonné est caractérisé par $\delta = 0$ et l'ordre total par $\delta = 1$.

A l'aide de la thermodynamique statistique, on arrive à la relation classique liant le paramètre d'ordre δ à la température :

$$\frac{1}{\delta} \ln \frac{1 + \delta}{1 - \delta} = 2 \frac{T_c}{T} \quad [2] \quad . \qquad (72)$$

$T_c = - \frac{4\Delta h}{k}$ est la température critique de transition pour laquelle $\delta = 0$ et Δh est le supplément d'enthalpie favorisant la formation des paires AB s'il est négatif.

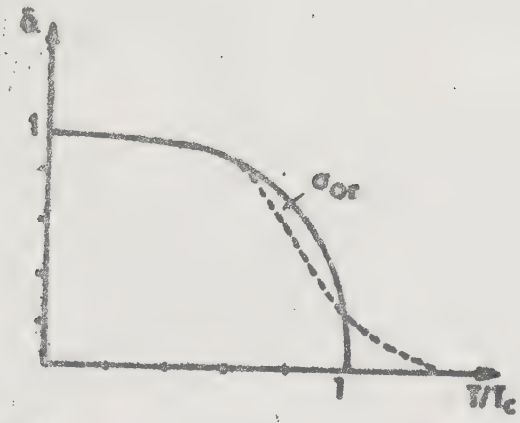


fig:55

Variation de δ et σ_{or} avec T
(Cu-Zn β)

Si l'on trace la variation du paramètre d'ordre avec la température (fig.55), on s'aperçoit que δ varie d'abord très lentement puis de plus en plus vite pour s'annuler très rapidement pour T_c.

Cependant, même au-dessus de la température critique le désordre n'est pas total et il y a lieu de définir un paramètre d'ordre à courte distance :

$$\sigma_{or} = \frac{q - q_{dés.}}{q_{ord.} - q_{dés.}} \quad ; \qquad (73)$$

q représente le rapport du nombre de liaisons entre atomes de nature différente au nombre total de liaisons entre voisins immédiats ($0 < \sigma_{or} < 1$). La variation de ce paramètre σ_{or} est représente approximativement sur la figure 55.

Il est bien évident que les propriétés mécaniques, sont sensibles à cette transformation thermodynamique.

b) INFLUENCE DE LA TRANSFORMATION ORDRE-DESORDRE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DU LAITON β.

Le changement des propriétés mécaniques des laitons β peut s'expliquer par la notion de "superdislocations" associée à une structure ordonnée. En effet, dans celle-ci, il est énergétiquement favorable de déplacer simultanément deux dislocations séparées par un ruban de paroi d'antiphase, la première détruisant l'ordre et la seconde le rétablissant.

La largeur de la paroi d'antiphase d est donnée par l'équilibre entre les forces de répulsion des deux dislocations de même signe et la tension de surface de la paroi. La force répulsive pour deux dislocations mixtes est donnée par :

$$F_r = \frac{Gb^2}{2\pi d} \left(\sin^2\alpha + \frac{\cos^2\alpha}{1 - \nu}\right) \quad [57] \qquad (74)$$

où ν est le coefficient de Poisson, α l'angle entre les vecteurs de Burgers $\vec{b_1}$ et $\vec{b_2}$ et les lignes de dislocations D_1, D_2. En considérant uniquement les premiers voisins dans la structure CC, la tension de surface de la paroi d'antiphase γ se trouvant dans le plan (h, k, l) tel que h > k > l > 0 et bordée par une superdislocation dont les composantes ont comme vecteur de Burgers $\frac{1}{2} < 111 > a_o$, est égale à :

$$\gamma = - \frac{4h \quad \Delta h \quad \delta^2}{a_o^2 \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \; ; \qquad (75)$$

ΔH et δ sont les paramètres de la théorie de la transformation ordre désordre et h, k, l les indices de Miller.

L'égalité des deux équations précédentes, pour un plan d'antiphase parallèle à (100), mène à la largeur du ruban, soit :

$$d = \frac{Gb^2 a_o^2}{2\pi k T_c \; \delta^2} \left(\sin^2\alpha + \frac{\cos^2\alpha}{1 - \nu}\right) \; [57] \; . \qquad (76)$$

On s'aperçoit alors que d varie comme $\frac{1}{\delta^2}$, c'est-à-dire que le domaine croît lorsque δ diminue, pour T se rapprochant de T_c. Pour $\delta = 1$ et $a_o = b$, on arrive à $d \simeq 50$ A°.

Remarque : La largeur d est évidemment fonction du plan (h, k, l) de glissement de la superdislocation et du caractère de ses composantes. Les plans de glissement les plus favorables, donnant une énergie de paroi minimum, pour une dislocation du type $\frac{1}{2} < 111 >$ sont $(1\bar{1}0)$ et $(2\bar{1}\bar{1})$ pour les composantes coins et $(1\bar{1}0)$ pour les composantes vis.

La transformation joue donc sur les propriétés mécaniques par l'intermédiaire de l'énergie de paroi γ proportionnelle à δ^2. La théorie tridimensionnelle de Brown [58] sur la résistance des surstructures C.C non parfaites, montre que la contrainte résolue δ pour mouvoir une superdislocation passe par un maximum et est donnée par

$$\tau = \frac{N\,k\,T\,\delta^2}{4b} \qquad (N \simeq 8{,}2\ 10^{14}\ \text{atomes/cm}^2). \quad (77)$$

Le maximum de cette expression est atteinte pour T = 242°C dans le cas des laitons β.

Expérimentalement, on observe effectivement un pic vers 220°C, légèrement décalé en température et en amplitude à cause de l'apparition de la diffusion.

D'après l'équation (77) la contrainte résolue chute très vite après ce maximum pour s'annuler à T_c. En fait, expérimentalement [58] on observe près de T_c une légère discontinuité. Celle-ci est attribuable, selon Fisher [59] à l'interaction entre les superdislocations et l'ordre à courte distance.

c) BILAN DES RESULTATS EXISTANTS SUR LE FLUAGE DU LAITON β.

Les différents travaux expérimentaux sur le fluage des laitons β sont dus, par ordre chronologique, à Herman, Brown [60], Gittins, Gifkins [61], Brown Lenton [62], Mermet et Druot [34] [35].

Tous ces auteurs affirment l'existence d'un saut dans la vitesse de fluage lors du passage de l'état ordonné à désordonné. De part et d'autre de cette transition, la vitesse peut être décrite par l'équation de Weertman :

$$\varepsilon^{\circ}_{S} = \frac{A\,\sigma^{3}\,Q}{G^{2}\,k\,T} \quad \text{(chap. I)} ,$$

même dans le cas où la montée semble contrôler la déformation. A est une constante de structure qui est multipliée par un facteur 8 lors du saut. La discontinuité de A est essentiellement provoquée par la différence entre les vitesses de montée d'une dislocation simple et d'une superdislocation. Cette dernière monte environ dix fois plus lentement que la précédente et sa vitesse est fonction des paramètres d'ordre δ et σ_{op}. Il semble donc, que pour une surstructure la montée, et non pas le glissement visqueux, des superdislocations détermine la vitesse de fluage. La variation de l'énergie d'activation apparente Q au voisinage de T_c est conforme à celle des paramètres d'ordre.

La déformation de la phase β stable à haute température semble gouvernée par la diffusion et l'interaction soluté dislocations simples, à travers le glissement visqueux.

IV.3 - RESULTATS DES ESSAIS DE FLUAGE.

Les éprouvettes utilisées ont été usinées dans des barres obtenues par filage à chaud de lopins fournis par le Centre d'Etude des Industries de la Fonderie. Après une homogénéisation de 15 H à 500°C, le filage est effectué entre 530 et 550°C, la force exigée varie de 25 à 30 tonnes environ pour un rapport de réduction de 5 sur le diamètre. La microdureté obtenue est de 270 $kg.mm^2$ pour des grains de 0,1 mm de diamètre moyen.

IV.3.1 - ASPECT DES COURBES.

Notre étude se limite à des températures comprises entre 440° et 620°C pour des contraintes variant de 0,1 à 0,8 kg/mm^2. Ce domaine inclut la température critique qui doit être de 464°C pour cet alliage. La gamme de vitesse rationnelle correspondante s'échelonne entre $6,7\ 10^{-3} s^{-1}$ et $2,2\ 10^{-6} s^{-1}$.

Les courbes de fluage $\bar{\varepsilon} = f(t)$ obtenues ne présentent pas ou très peu de fluage primaire, mais possèdent un domaine stationnaire important suivi évidemment par le stade tertiaire menant à la rupture. La détermination de la vitesse stationnaire ε°_{S} est très aisée.

Les résultats obtenus se recoupent bien avec ceux trouvés précédemment au laboratoire [34] [35].

IV.3.2 - INFLUENCE DES DIVERS PARAMETRES SUR LE FLUAGE STATIONNAIRE.

a) Influence de la contrainte.

Le coefficient de sensibilité de la vitesse à la contrainte $m = (\frac{\partial \ln \varepsilon^\circ_S}{\partial \ln \sigma})_T$ introduit précédemment est déterminé à partir du réseau de la figure 56. Pour la faible dynamique de contrainte utilisée on a tendance à linéariser les courbes $\ln \varepsilon^\circ_S = f(\ln \sigma)$ et à ne trouver qu'une seule valeur de m. En fait, comme nous le verrons à l'aide des résultats obtenus en relaxation et conformément à ceux trouvés par Mermet [34], ce paramètre décroît continuement avec la contrainte. Pour les contraintes intermédiaires ($0,15 < \sigma < 0,6$ kg/mm^2) cette sensibilité est égale à trois de part et d'autre de T_c. Cette valeur est en accord avec celle déterminée par Brown-Lenton [62] et rapportée par Sherby [3], et accrédite apparemment la théorie de Weertman pour les solutions solides. Si les hypothèses de cette théorie sont valables au-dessus de la transformation, il est fort peu probable qu'elles le soient en-dessous car la montée des superdislocations est bien plus lente que leur glissement [62].

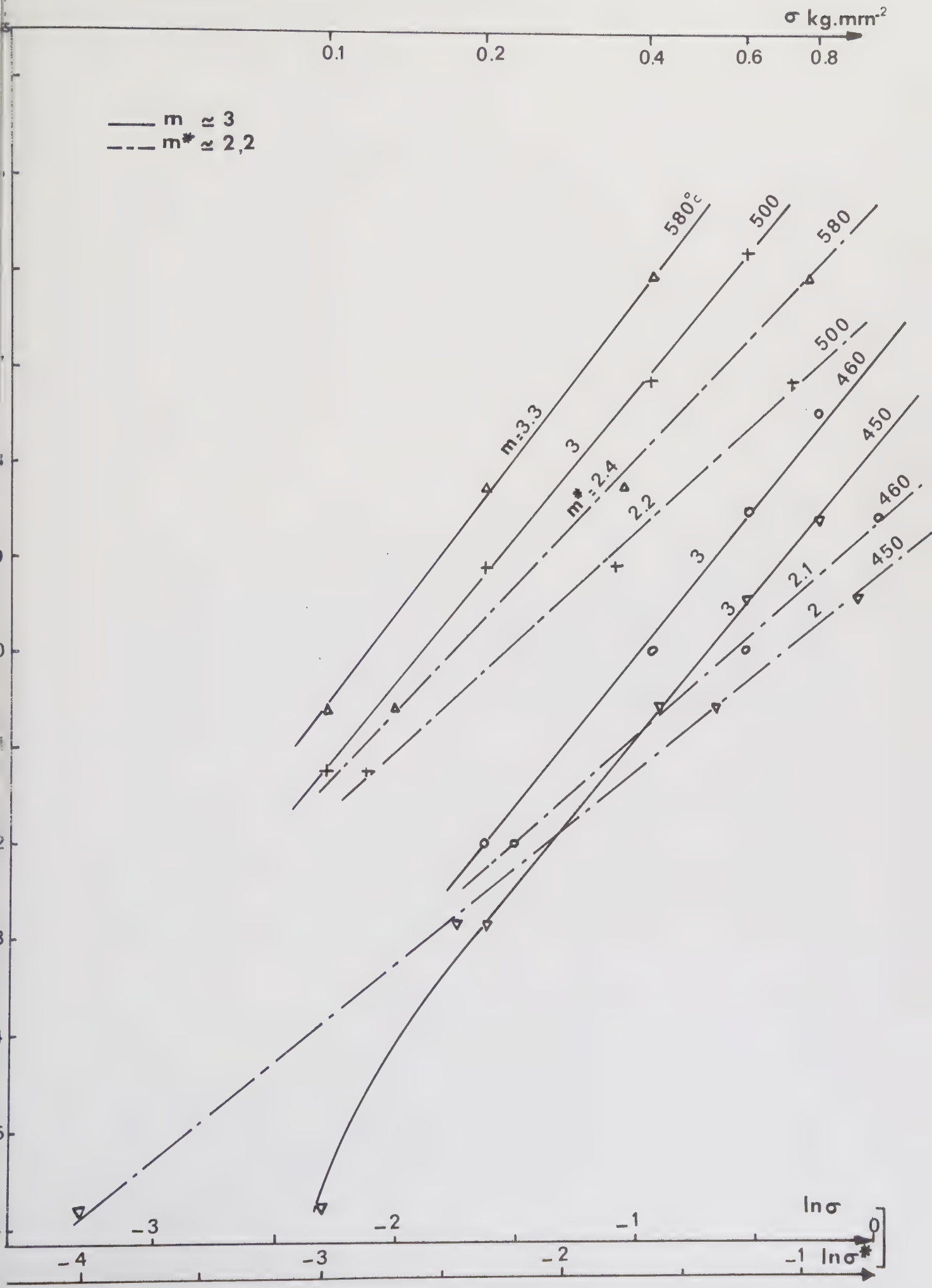
b) Influence de la température.

L'ensemble des variations de la vitesse de fluage avec la température pour différentes contraintes est représenté figure 57. En accord avec l'ensemble des auteurs cités au paragraphe IV.2.c et plus particulièrement avec Brown-Lenton [62], cette figure montre l'existence d'un saut dans la vitesse de l'ordre de 7,5 pour T_c=464°C. Celui-ci est essentiellement dû à la différence entre les vitesses de montée des dislocations normales et des superdislocations.

De part et d'autre de la transformation, il existe une zone de transition où la vitesse n'évolue pas linéairement avec l'inverse de la température.

L_β

fig:56 détermination de m et m*



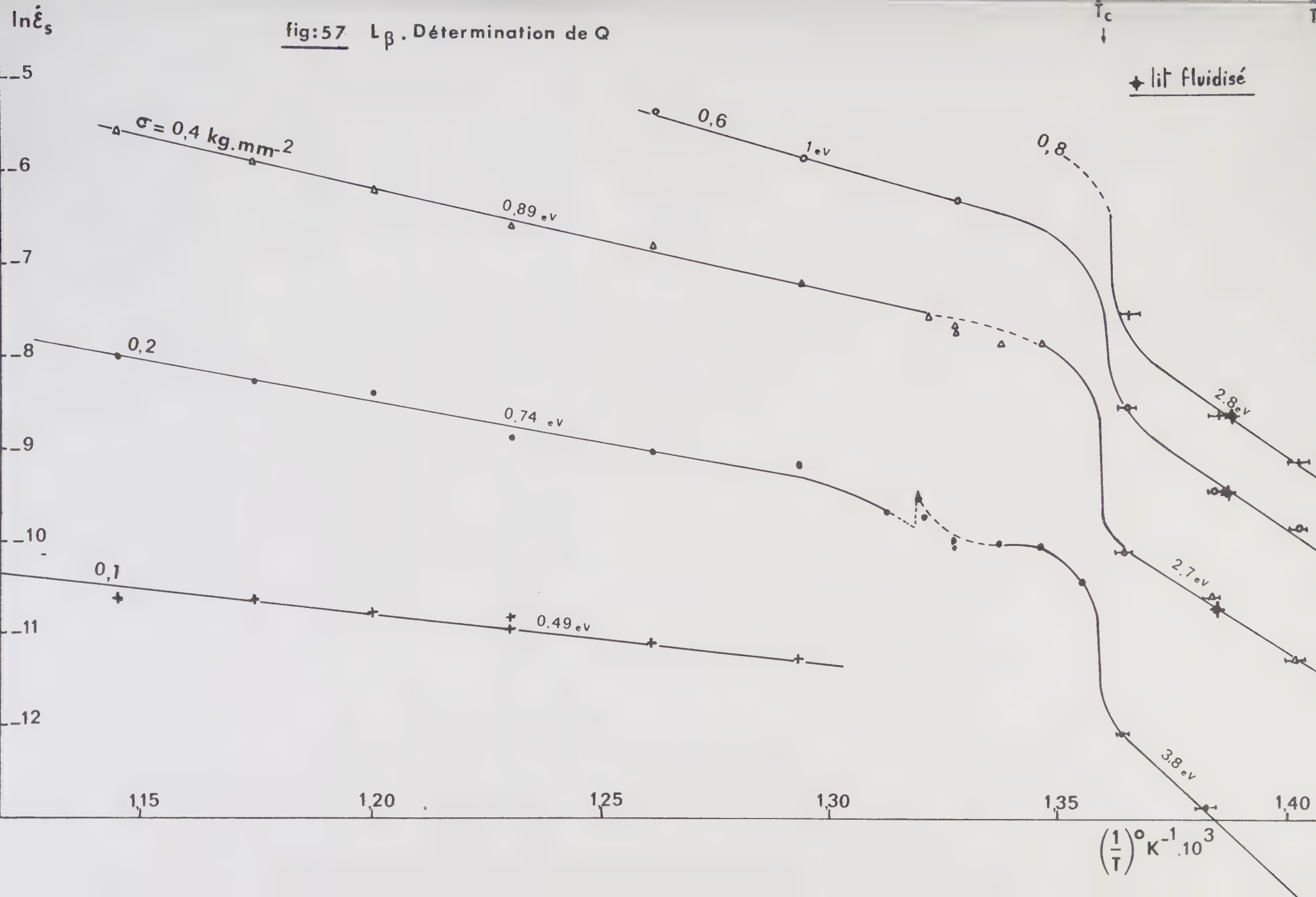
Au-dessous de T_c, cette évolution anormale est due à la variation du paramètre d'ordre à longue distance avec la température qui joue sur la largeur du domaine antiphase. Les valeurs moyennes des énergies d'activations apparentes Q pour 450°C sont de 2,8 eV pour les contraintes supérieures ou égales à 0,4 kg/mm^2 et 3,8 eV pour les plus faibles contraintes ($\sigma < 0,4$ kg/mm^2). Ces valeurs correspondent bien avec celles obtenues par Gittins et Gifkins [61] sur des polycristaux de laiton à 440°C (2,5 eV pour $\sigma > 0,4$ kg/mm^2 et 3,4 eV pour $\sigma = 0,35$ kg/mm^2), mais sont en désaccord avec celles obtenues par Brown Lenton [62] sur des monocristaux pour la même température (1,8 eV pour $\sigma < 0,2$ kg/mm^2).

Pour T = 440°C le paramètre d'ordre est égal à 0,55 et les énergies d'auto-diffusion du cuivre et du zinc dans le laiton sont respectivement de 1,6 et 1,9 eV [63]. Ces résultats montrent donc que la diffusion moyenne de chacun des métaux intervient dans le fluage des monocristaux de laiton β, ce qui est normal puisque la déformation doit être gouvernée par la montée des superdislocations. On peut remarquer qu'il en serait de même si le glissement visqueux de ces dislocations régissait la déformation.

Les hautes valeurs de Q obtenues sur les polycristaux restent donc à expliquer du moins pour T > 380°C. Pour les plus faibles températures (T < 380°C et $\delta < 0,8$) les différents résultats convergent et l'énergie d'activation apparente tend vers la valeur moyenne de celle d'autodiffusion de chacun des métaux dans l'alliage ($Q \simeq \Delta H_d \simeq 1,6$ eV) [61] [62] [63].

Aux températures intermédiaires (464°C < T < 490°C) l'évolution anormale de la vitesse est attribuée, d'une part, à la disparition progressive de l'ordre à courte distance et d'autre part, à l'existence d'un "faux eutectoïde" dû à l'instabilité de la phase β' sous contraintes. Ce comportement a été largement étudié dans le laboratoire [34] [35] et se confirme par les anomalies obtenues dans la ductilité à rupture.

fig:57 L_β. Détermination de Q



Au-dessus de 490°C, la phase β est presque complètement désordonnée, la structure n'évolue guère et il est possible de déterminer une énergie apparente sur un large domaine de température. Conformément aux résultats obtenus par Mermet [34], on s'aperçoit que paradoxalement l'énergie Q décroît avec la contrainte. Celle-ci passe de 1 eV pour 0,6 kg/mm^2 à 0,5 eV pour 0,1 kg/mm^2. Quantitativement ces valeurs confirment celles rapportées par le précédent auteur et les complètent pour des contraintes inférieures à 0,4 kg/mm^2. Aux contraintes intermédiaires ($0,4 < \sigma < 0,8$ kg/mm^2) l'énergie Q est proche de la valeur moyenne de l'énergie d'autodiffusion ($\Delta H_d = 0,9$ eV) et avoisine celle de l'autodiffusion du cuivre dans le laiton β désordonné ($\Delta H_d = 0,96$ eV) [63]. Comme en-dessous de T_c, les résultats obtenus par Brown-Lenton [62] sur des monocristaux entre 500 et 550°C pour 0,05 kg/mm^2 sont différents et l'énergie apparente reportée (1,08 eV) est identique à celle présentement calculée pour les fortes contraintes ; $\sigma > 0,5$ kg/mm^2. Apparemment, il semblerait donc que l'énergie d'activation pour les monocristaux ne dépend pas de la contrainte.

Dans les paragraphes suivants, nous analysons l'ensemble des caractéristiques qui viennent d'être décrites, à l'aide des contraintes effectives et internes déterminées par la méthode de Nix [45], pour essayer de rationnaliser et compléter les différents phénomènes observés.

IV.3.3 - VARIATIONS DES CONTRAINTES INTERNE ET EFFECTIVE.

Les variations de la contrainte interne σ_i avec la température et la contrainte appliquée sont reportées respectivement sur les figures 58 et 59.

Sur la première figure on remarque qu'il existe une discontinuité dans l'évolution de la contrainte interne lors du passage du point critique ; celle-ci chute d'une haute à une très faible valeur, avec la température. Pour $\sigma \geqslant 0,25$ kg/mm^2 le rapport entre ces valeurs est de l'ordre de cinq et voisine donc celui qui est obtenu dans les vitesses ($\simeq 7$). Pour $\sigma = 0,1$ kg/mm^2 ce rapport n'est plus que de trois.

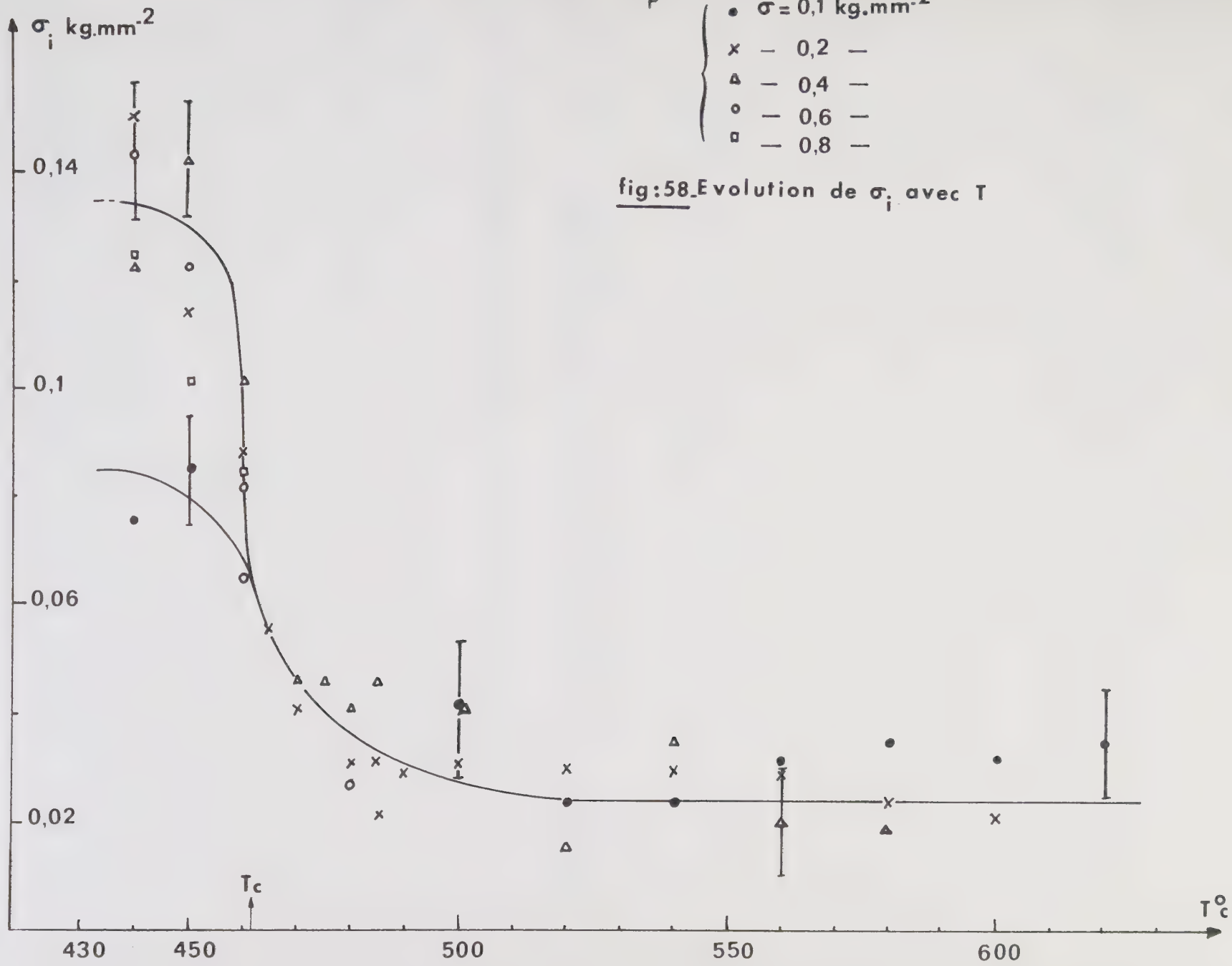


fig:58 Evolution de σ_i avec T

A proximité de la transformation la contrainte interne évolue avec la température, ce qui reflète l'évolution des paramètres de structure δ et σ_{or}. Au-dessous de T_c, σ_i dépend également de la contrainte appliquée, alors qu'au-dessus elle semble en être indépendante aux incertitudes de mesures près.

A partir de 490°C, c'est-à-dire le domaine qui nous intéresse plus particulièrement, la contrainte interne devient indépendante de la température et de la contrainte externe, l'alliage étant complètement désordonné. Il en est évidemment de même pour la contrainte effective.

Remarque : La détermination des deux composantes de la contrainte est très délicate, surtout pour les fortes contraintes, car la vitesse de fluage est très élevée et la durée de l'essai est courte.

IV.3.4 - DEPENDANCE DE LA VITESSE STATIONNAIRE AVEC LES COMPOSANTES DE LA CONTRAINTE APPLIQUEE ET LA TEMPERATURE.

a) Dépendance avec les composantes de la contrainte appliquée.

Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, au-dessus de 490°C, la contrainte interne mesurée est une variable indépendante : $\neq \sigma_i(\sigma,T)$, l'équation $f_i(\varepsilon^o_S,T,\sigma_i) = 0$ n'existe pas car $(\frac{\partial\sigma_i}{\partial\sigma})_T = 0$ et ne peut servir à la description du fluage à haute température. Par contre la contrainte effective n'est pas indépendante $(\frac{\partial\sigma^*}{\partial\sigma})_T \neq 0$ et si l'on s'intéresse aux processus de glissement, elle représente bien la variable appropriée pour cette description ; $f^*(\varepsilon^o_S,T,\sigma^*) = 0$ est valable.

Le rapport $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ quoique toujours faible ($\frac{\sigma_i}{\sigma} < 0,4$) évolue avec la contrainte (fig.59) ce qui entraine que $m \neq m^*$ (chap.I). La détermination de ce dernier paramètre est réalisé sur la figure 56 et l'on

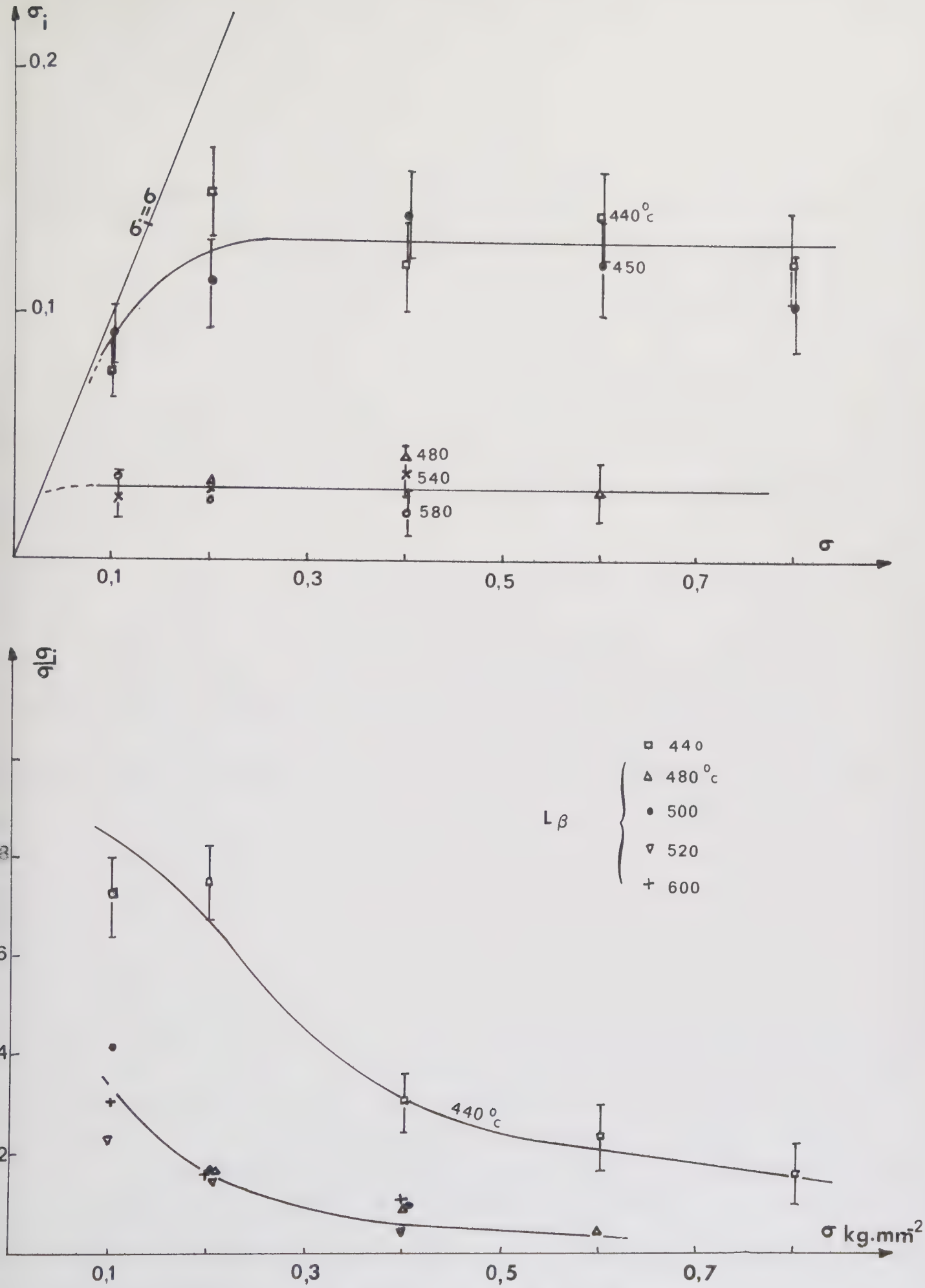


fig: 59 L_β : Evolution de σ_i avec σ et de $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ avec σ

constate qu'il est de l'ordre de 2,2. Comme pour la détermination de la sensibilité m, le fait que l'on travaille sur une faible plage de contrainte effective nous conduit à ne trouver qu'une seule valeur de m^*. En réalité, l'exposant m^* a tendance à augmenter avec la contrainte effective ($2 < m^* < 2,6$).

L'interprétation de ce phénomène est donnée dans le paragraphe c), mais dès maintenant il faut noter que la valeur de $m^* \simeq 2,2$ ne nous est pas étrangère. Cette valeur a en effet déjà été rencontrée dans l'étude précédente et reportée par quelques auteurs (chap.III).

En-dessous de la transformation, pour les faibles contraintes ($\sigma < 0,3$ kg/mm^2), le rapport $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ est important (fig.59) et montre alors que contrairement à la phase désordonnée la contrainte interne mesurée représente une part appréciable de la contrainte appliquée. Ceci peut s'expliquer par le fait que la montée des superdislocations, qui réduit les barrières internes s'opposant à leur glissement, est difficile donc gouverne la vitesse. Cette hypothèse rejoint la théorie de Brown [62] et se trouve en contradiction avec celle du glissement visqueux car σ^* est très différent de σ. Ce dernier modèle ne peut s'appliquer ici malgré un exposant $m \simeq 3$ et la classification de Sherby et Burke [3].

La valeur de m^* égale à 2,1 environ, est identique à celle déterminée au-dessus de la température critique et montre que si l'on décrit le fluage en terme de glissement de dislocations, les sensibilités des vitesses aux contraintes effectives sont proches du moins dans l'intervalle de température considérée. Ceci n'est pas étonnant car conformément à l'équation (76) pour 450°C ($\delta = 0,48$) les superdislocations sont largement dissociées et leur comportement commence à se rapprocher de celui des dislocations simples. De plus leur énergie de paroi, proportionnelle à δ^2, diminue fortement ce qui favorise le glissement.

b) Dépendance avec la température.

La contrainte effective n'étant pas fonction de la température dans la phase désordonnée, les énergies apparentes Q et Q^* doivent être égales (chap.I). Les variations de ces deux énergies avec les contraintes appliquée et effective sont reportées sur la figure 60. Quelques valeurs de l'énergie Q, déterminées par des essais de relaxation pour les très faibles contraintes ($\sigma < 0,1$ kg/mm^2) sont également reportées ainsi que celles trouvées par Mermet [34] pour 0,8 et 1 kg/mm^2. La contrainte effective est toujours proche de la contrainte appliquée et les deux courbes $Q = f(\sigma)$ et $Q^* = f(\sigma^*)$ sont presque similaires. La décroissance de l'énergie d'activation apparente Q avec la contrainte appliquée est confirmée et ne peut s'expliquer par le fait que le précédent auteur [34] ne travaillait pas à contrainte effective fixe, puisque $Q = Q^*$.

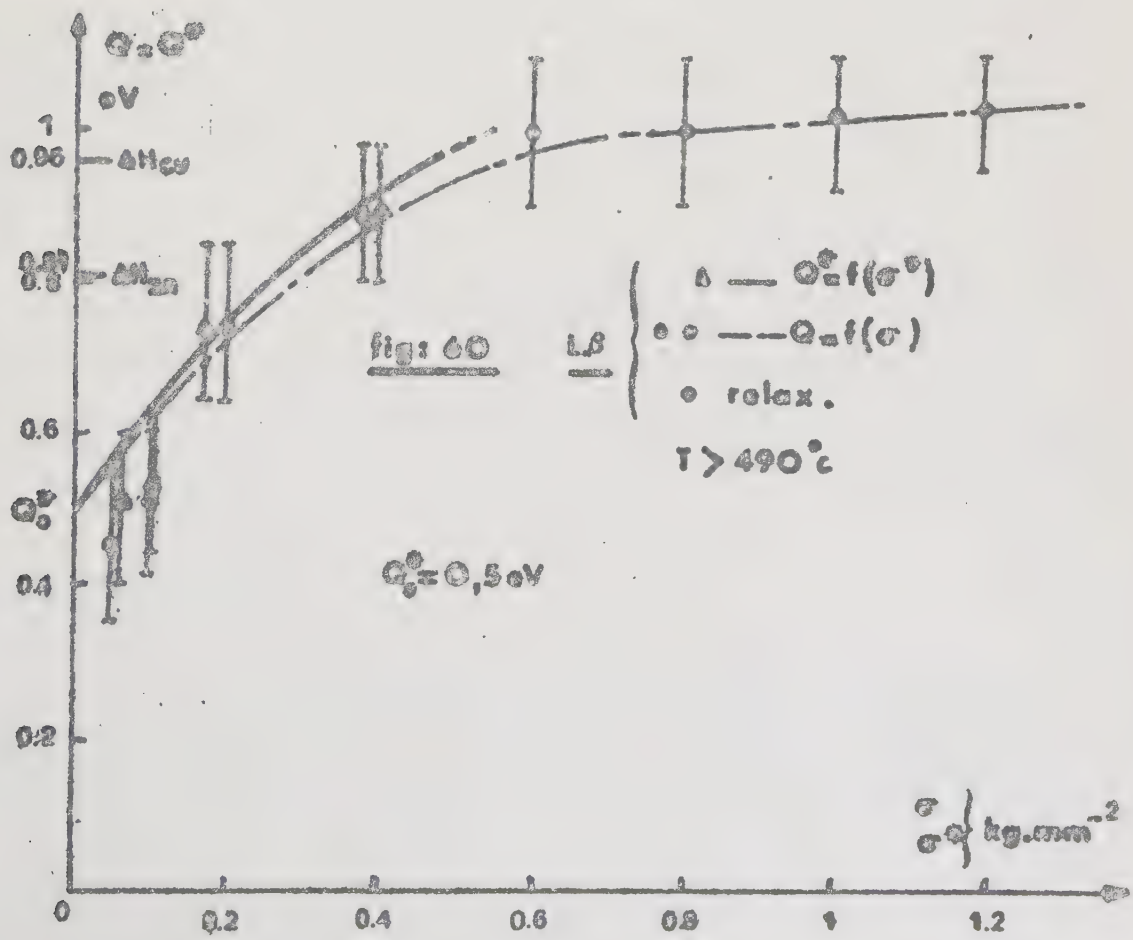


fig: 60

Nous tenterons d'expliquer cette décroissance dans la paragraphe suivant.

En-dessous de la transformation, ordre-désordre, la contrainte effective est fonction de la température, donc les énergies Q et Q^* sont différentes. Si l'on calcule le paramètre Q^* entre 440 et 460°C, on le trouve bien inférieur à Q, surtout pour les faibles contraintes, et sa valeur, bien que peu précise du fait de la faible plage de température utilisée voisine 2 eV (2,3 eV pour σ = 0,5 kg/mm^2 et 1,9 eV pour σ = 0,1 kg/mm^2).

Cette énergie est proche de celle de la diffusion du zinc dans le laiton pour 450°C, qui est de 1,92 eV [63]. Bien que l'on s'intéresse ici au glissement, il est tout à fait normal que l'on retrouve l'énergie de diffusion (ΔH_{zn}) de l'un des métaux.

L'étude de la phase ordonnée β' devrait être poussée sur un plus grand domaine de température, mais dès maintenant on s'aperçoit qu'en fait, la forte variation de l'énergie apparente Q pour les polycristaux n'a pas de réalité physique, car elle s'estompe lorsque l'on travaille à contrainte effective fixe.

Brown [62] n'ayant pas trouvé de fortes variations d'énergie apparente, même à faibles contraintes (Q ≃ 1,8 eV) pour les monocristaux, on peut en déduire que les joints de grains sont des sources importantes de contraintes internes. Cette hypothèse est plausible pour la phase β' car les grains sont petits et les superdislocations vont alors s'empiler sur les joints.

c) Interprétations.

En première approximation, comme nous l'avons vu dans les chapitres I et III, l'exposant m^* représente la somme des variations de la vitesse et de la densité des dislocations mobiles avec

la contrainte effective ($m^* \simeq m^*_\rho + m^*_v$). La valeur de m^*_ρ ne peut être éloignée de l'unité [18] [19] [47], donc m^*_v est égal à 1,2 pour $m^* = 2,2$. La légère variation de l'exposant m^* avec la contrainte effective et la température reflète donc l'évolution de l'un des deux paramètres, mais il est difficile de le préciser avec certitude.

Selon la théorie de Weertman des solutions solides, qui semble s'appliquer ici car l'hypothèse $\sigma^* \simeq \sigma$ est assez bien respectée, surtout pour les fortes contraintes, le glissement visqueux des dislocations doit contrôler la vitesse car $m \simeq 3$ (pour les contraintes les plus élevées m tend vers m^*).

Cependant, l'intéraction soluté-dislocations est peu évidente, compte-tenu des pourcentages atomiques très voisins. L'énergie de liaison maximum W_m, entre les atomes de soluté et les dislocations a été calculée, par Cottrell et Ardley [64] et Friedel [41], sur des hypothèses purement élastiques (effets de taille) et sa valeur est de 0,12 eV pour le laiton. Les effets dus à la différence des constantes élastiques sont négligeables. Ainsi, pour une dislocation non saturée, la contrainte nécessaire pour qu'elle puisse s'échapper de son nuage tridimensionnel est donnée par Friedel |41|:

$$\sigma_B = A \frac{W_m^2 C_o}{kTb^2 x} \quad . \qquad (78)$$

Avec, $A \simeq 1$, $b = 2,6$ A°, $x = 2b$, $W_m = 0,12$ eV, $T = 550°C$ et $C_o = 0,5$ qui est la concentration moyenne atomique en impuretés, cette contrainte σ_B est égale à 50 kg/mm^2, ce qui est considérable. Pour une dislocation saturée cette contrainte est encore multipliée par $\frac{kT}{W_m C_o} \simeq 1,18$. On voit donc que ce mécanisme est impossible, et que les dislocations restent épinglées, du moins si les atomes de soluté se rassemblent effectivement sur les dislocations.

Les modèles relatant le drainage de ces atmosphères semblent plus plausibles, en particulier celui de Friedel, sur le microfluage. Cependant, il ne peut à lui seul expliquer la forte décroissance de l'énergie Q^*.

Dans ce modèle, la vitesse est donnée par l'expression suivante :

$$\varepsilon^o{}_S = 2\rho_m \frac{b}{\lambda} D \text{ sh } \frac{\sigma^* b^2 \lambda}{kT} \qquad (79)$$

où $\lambda = \frac{b}{C_o} \exp - \frac{W_m}{kT}$ est la distance moyenne entre les points d'ancrages durs et D le coefficient de diffusion de ces derniers. L'enthalpie d'activation ΔH du mécanisme, doit être égale à l'énergie d'autodiffusion du soluté dans le solvant, mais dans le cas présent, il est difficile de préciser la nature du soluté.

On constate que la formule précédente peut être déduite de l'équation (26) en remarquant que $\bar{A}^* = \lambda b$.

D'après l'équation (79) l'énergie Q^* s'écrit :

$Q^* = \left(\frac{\partial \ln \rho_m}{\partial - \frac{1}{kT}}\right)_{\sigma^*} + (\Delta H - |W_m|) - \sigma^* b^2 \lambda \left(1 - \frac{|W_m|}{kT}\right) c\text{th} \frac{\sigma^* b^2 \lambda}{kT}$ et se réduit pour $\frac{\sigma^* b^2 \lambda}{kT} \geqslant 1{,}5$ à $Q^* = (\Delta H - |W_m|) - \sigma^* b^2 \lambda \left[1 - \frac{|W_m|}{kT}\right]$. Il s'en suit que $\left(\frac{\partial Q^*}{\partial \sigma^*}\right)_T = \frac{b^2 \lambda}{kT} (|W_m| - kT)$, $\left(\frac{\partial m^*}{\partial \sigma^*}\right)_T = \frac{b^2 \lambda}{kT}$ et comme W_m est de toute façon supérieure à kT, l'énergie Q^* croît avec la contrainte ce qui est conforme à nos observations.

L'évolution de m^* avec σ^* prend donc toute sa signification et une estimation grossière nous conduit à $2 \text{ mm}^2 . \text{kg}^{-1}$ pour 500°C. Avec $W_m = 0{,}12$ eV et $\frac{b^2 \lambda}{kT} = 2 \text{ mm}^2 . \text{kg}^{-1}$,

on trouve que $(\frac{\partial Q^*}{\partial \sigma^*})_T \simeq 0{,}11$ eV . mm^2 . kg^{-1}, ce qui est très faible et ne peut justifier la forte décroissance de Q^* aux faibles contraintes. Expérimentalement, on s'aperçoit que pour $\sigma^* > 0{,}5$ kg/mm^2, la description précédente peut expliquer la faible décroissance observée, et que l'énergie d'activation Q^* est, conformément au modèle proposé, très proche de celle de la diffusion en volume du cuivre dans le laiton ($\Delta H_{cu} = 0{,}96$ eV).

Pour des contraintes encore plus élevées ($\sigma > 0{,}8$ kg/mm^2) σ^* tend vers σ donc $m^* \simeq m \simeq 2{,}6$ et $(\frac{\partial Q^*}{\partial \sigma^*})_T$ approche zéro.

La forte décroissance pour les contraintes inférieures à 0,5 kg/mm^2, ne semble pouvoir s'expliquer que par la présence des joints de grains, car d'après Brown-Lenton [62] elle est absente sur les monocristaux pour $\sigma = 0{,}05$ kg/mm^2. Comme nous l'avons déjà mentionné, la valeur de l'énergie qu'ils obtiennent est identique à celle calculée dans le présent travail pour les contraintes moyennes ($\sigma > 0{,}5$ kg/mm^2).

La valeur de Q_o^* obtenue pour $\sigma^* = 0$ est égale à la moitié de l'énergie de diffusion du cuivre en volume, conformément aux théories de la diffusion dans les joints [41].

Il faut tout de même remarquer que la déformation intragranulaire conditionne la déformation intergranulaire car pour une même contrainte $\frac{\varepsilon^\circ_{GJ}}{\varepsilon_t} = \lambda = Cte$ (48) de part et d'autre de la transition et n'excède pas 8 % ; la brusque augmentation de la vitesse totale ε°_t, entraîne une variation identique de la vitesse aux joints ε°_{Gb} [60]. Cependant, λ décroît vite avec la contrainte [1] [6] et le grossissement anormal des grains avec la température pour la structure désordonnée tend à montrer que λ décroît légèrement avec celle-ci ($\frac{\varepsilon_{GJ}}{\varepsilon_t} \alpha \frac{K}{d}$).

Malgré l'absence de primaire, la formation des sous joints peut exister néanmoins et son diamètre ϕ varie sensiblement en $\frac{1}{\sigma}$ ($\sigma = A\phi^{-1}$) [1] [3]. Pour les faibles contraintes il se peut que le diamètre des sous joints soit de l'ordre de grandeur de celui du grain, ainsi on comprend mieux l'intervention de la diffusion dans les grains pour assurer le glissement des dislocations au voisinage de ceux-ci. Ceci rejoint le fait que ' est assez élevé pour les faibles contraintes.

Pour les contraintes plus élevées, ϕ est très inférieur à d, et seule la diffusion en volume intervient.

En conclusion, la déformation de la phase désordonnée se réalise par un mécanisme séquentiel, glissement-montée des dislocations, dans lequel le glissement visqueux est le processus le plus lent. Pour les fortes contraintes, le glissement s'effectue principalement en volume, alors que pour les faibles contraintes, les joints de grains jouent le rôle de court-circuit de diffusion.

IV.4 - ESSAIS DE RELAXATION.

Les essais de relaxation réalisés sur la machine de traction "Instron" ainsi que leur mode de dépouillement ont été conduits de la même façon que dans l'étude précédente (chap.III). Cependant leur précision n'est que moyenne du fait de l'extrême rapidité de la relaxation, les trois quarts de la contrainte se relaxent en une seconde environ, du moins pour les températures les plus élevées.

La continuité entre les essais de fluage et de relaxation n'a pu être réalisée, car le module est très faible et ne peut être déterminée qu'avec peu de précision ; pour T passant de 500 à 600°C il varie de 600 à 530 kg/mm^2.

Une partie des résultats dépouillés, obtenus pour différentes températures, est reportée sur le réseau de courbe de la figure 61. Dans le cadre du modèle viscoélastique, la pente des courbes $\ln - (\frac{\partial\sigma}{\partial t}) = f(\ln\sigma)$, obtenues pour chaque contrainte, donne la valeur de la sensibilité m. Ce paramètre décroît continuement avec la contrainte ; il passe de 5,5 pour $\sigma = 0,05$ kg/mm^2 à 3,5 pour $\sigma \simeq 0,2 kg/mm^2$, ce qui converge vers les valeurs obtenues à l'aide des essais de fluage et atteint même pour $\sigma > 0,8$ kg/mm^2 la valeur de 2,6 [34]. Pour cette dernière gamme de contrainte on a $m = m^* \simeq 2,6$.

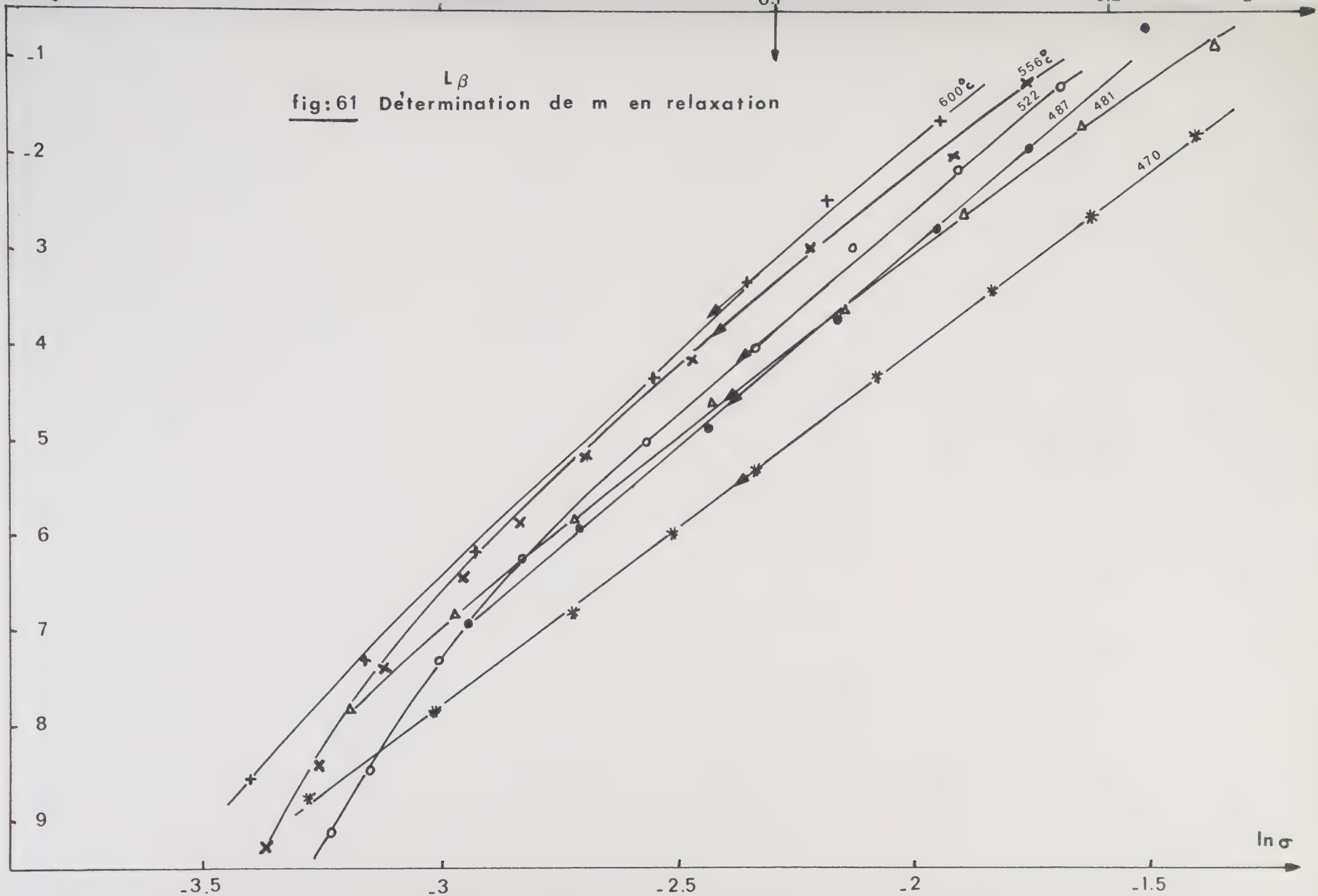


fig: 61 Détermination de m en relaxation

On peut remarquer aussi, que m est fonction de la température et si pour $\sigma = 0{,}1$ kg/mm^2 on trace la courbe $n = \frac{1}{m}$ en fonction de celle-ci (fig.63), on confirme l'existence d'un décrochement vers 485°C obtenus en fluage par d'autres membres du laboratoire [34] [35]. Cette discontinuité a été attribuée à la transformation, induite par la contrainte, du type eutectoïde. ($\beta' \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \beta$) et se retrouve dans la ductilité à rupture.

La figure 62 montre que le seuil d'écoulement "σ_o" identifié précédemment à la contrainte interne, est très faible : $\sigma_o < 0{,}02$ kg/mm^2. Là encore, cette valeur est proche de σ_1 déterminée en fluage pour la phase désordonnée. Toutefois, ces très faibles valeurs sont de l'ordre des erreurs expérimentales dues à la dérive des appareils d'enregistrements, aussi doivent-elles être regardées avec prudence ($\Delta\sigma \simeq 0{,}01$ kg/mm^2).

La valeur de m' égale à 3,7 (fig.62) est peu précise, mais se trouve inférieure à celle de m pour le même domaine de contraintes, conformément à l'équation $m' = \frac{\sigma - \sigma_o}{\sigma} m$. Logiquement, ce paramètre m' doit présenter une anomalie au voisinage de 485°C, mais celle-ci n'est pas évidente sur la figure 62.

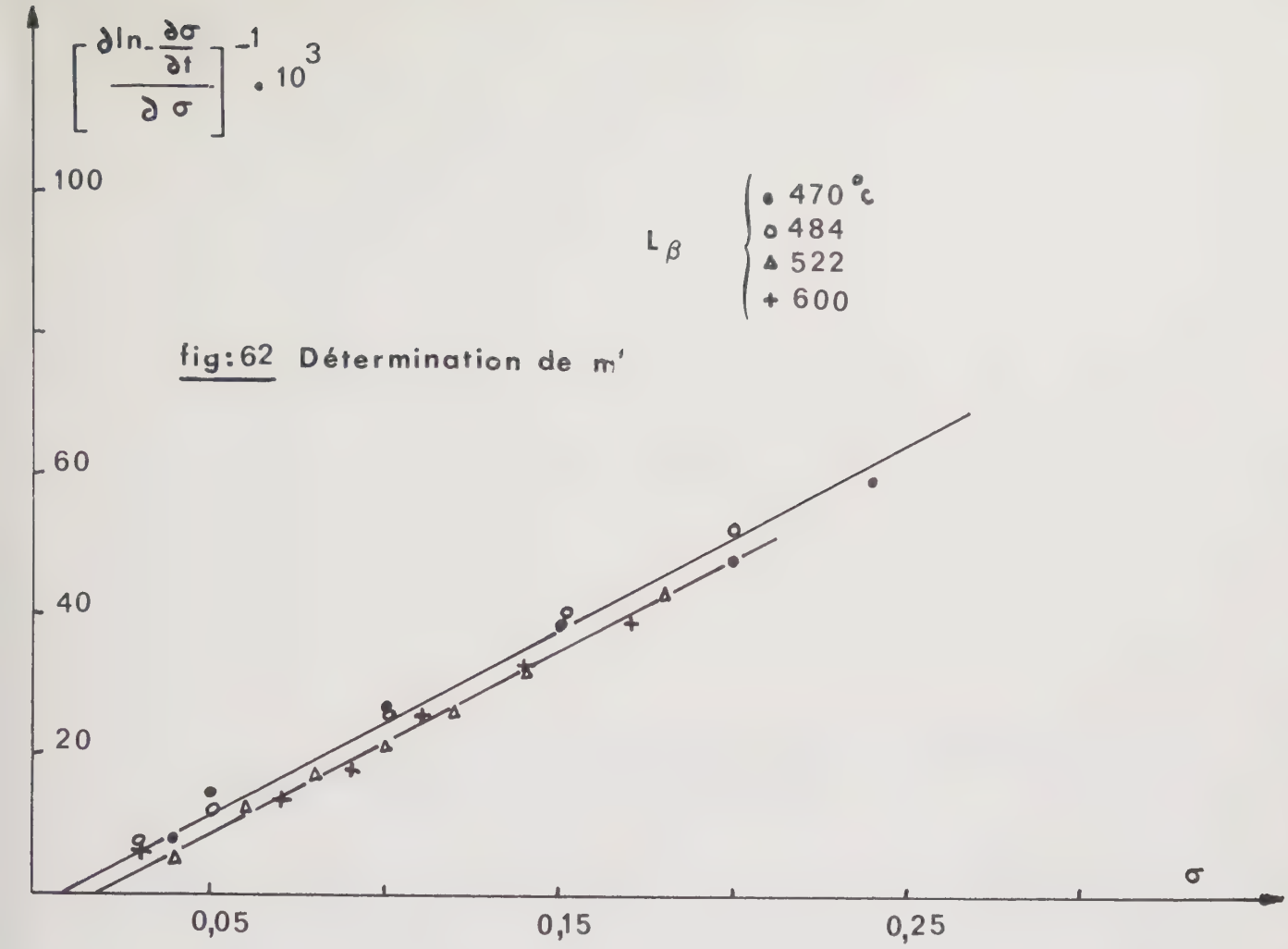


fig:62 Détermination de m'

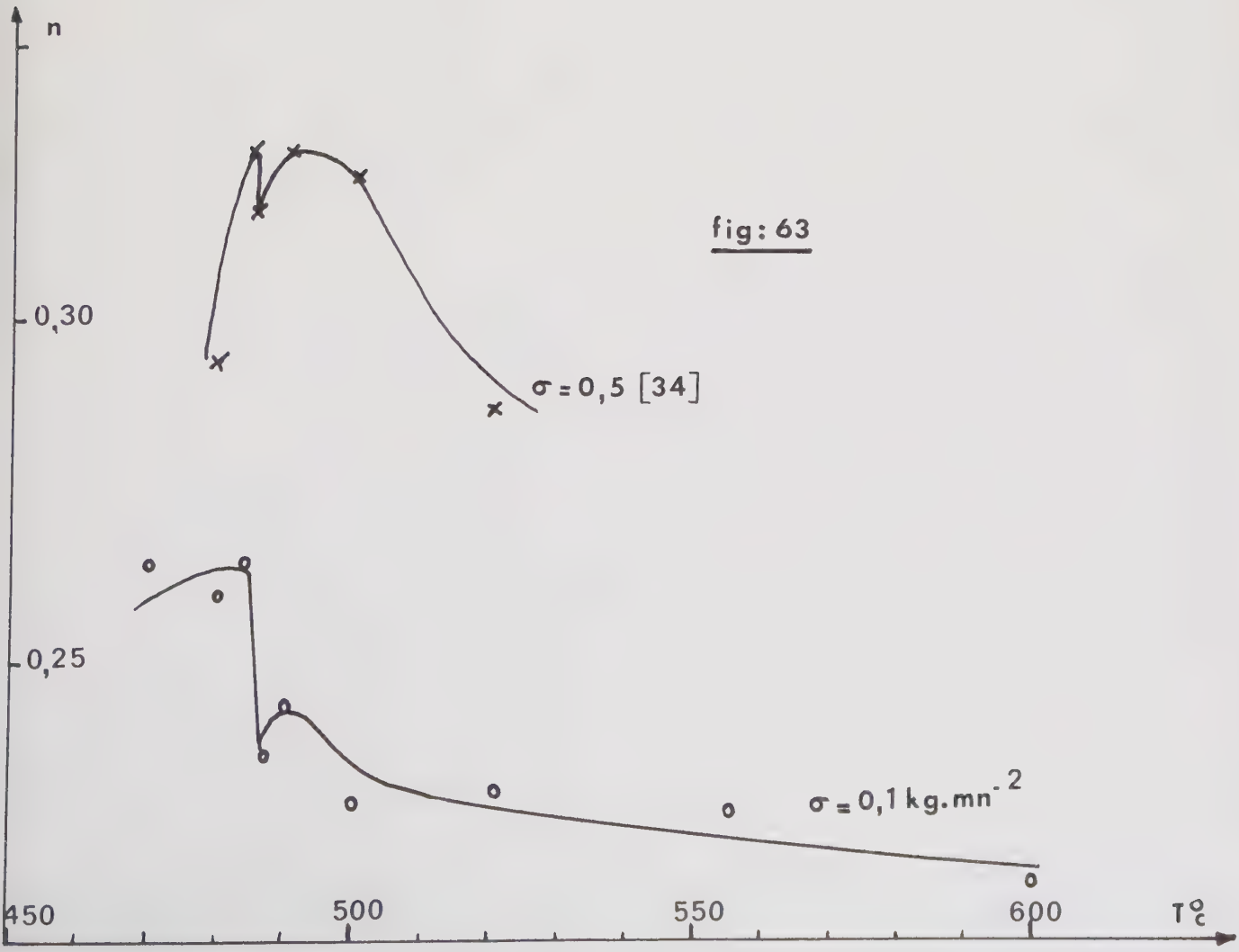


fig: 63

IV - 5 - CONCLUSIONS.

Dans le cas du laiton β nous avons mis en évidence et confirmé l'existence de diverses anomalies.

- discontinuité dans la vitesse et dans la contrainte interne lors du passage de la transformation ordre-désordre. Le mécanisme gouvernant le fluage en-dessous de ce point est la montée des superdislocations, quoique le glissement ait lieu évidemment et l'énergie d'activation requise est proche de la diffusion moyenne des métaux dans l'alliage. La forte variation de l'énergie Q est liée à ce que la contrainte appliquée n'est pas la variable appropriée à la description du fluage.

- Vers 485°C, les anomalies de vitesses, de ductilité à rupture et du paramètre m accréditent les théories d'une transformation eutectoïde induite.

- Au-dessus de 490°C, l'ordre à courte distance est quasiment absent et le comportement de la vitesse en fonction de la température suit bien la loi d'Arrhénius. La contrainte interne mesurée est toujours très faible et indépendante des variables thermodynamiques. On démontre dans ce cas que les énergies apparentes Q et Q^* sont égales et la décroissance anormale de l'énergie avec la contrainte est confirmée.

Pour cette phase, le glissement thermiquement activé des dislocations est le mécanisme qui contrôle la déformation (σ^* est proche de σ), la montée étant plus rapide. Cependant, le modèle de Friedel sur le drainage des nuages d'impuretés ne peut expliquer complètement cette forte décroissance de l'énergie Q^*. Celle-ci ne peut être due qu'à la présence des joints de grains qui jouent le rôle de court-circuit de diffusion ; l'énergie apparente est bien égale à la moitié de celle obtenue en volume.

Ce phénomène semble se produire pour l'ensemble des phases β [L_β, Ag-Zn, Ag-Cd et Al-Cu] .

-:-:-:-:-:-:-:-:-

CONCLUSIONS GENERALES.

La méthode expérimentale pour les essais de fluage à contrainte constante à chaud, est maintenant parfaitement maîtrisée, grâce au contrôle absolu de la température et du gradient thermique, réalisé par l'emploi d'une machine à came adaptée sur un lit fluidisé.

Nous avons montré que le problème du choix des variables pour la description du fluage est un facteur très important. La contrainte effective moyenne mesurée représente bien la composante de la contrainte appliquée qui produit le déplacement des dislocations, alors que la contrainte interne calculée par $\sigma_i = \sigma - \sigma^*$ est la composante du tenseur des contraintes internes dans le plan de glissement qui s'oppose à celui-ci.

En conséquence, la contrainte effective est la variable appropriée à la description du fluage en terme de glissement des dislocations. Il est plus difficile de préciser le mécanisme de restauration car la contrainte interne mesurée n'est pas celle qui peut la conduire. Nous avons appliqué cette conception à la description du fluage de deux alliages ; Al-Si (11,7 %) et laiton β (UZ 48).

Pour Al-Si, le fait que les rapports $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ et $\frac{\sigma^*}{\sigma}$ dépendent de σ et T, entraine que $m \neq m_i \neq m^*$ et que $Q \neq Q_i \neq Q^*$. Seuls les paramètres Q^* et m^* ont une réalité physique sur tout le domaine étudié et peuvent être utilisés à la description du fluage.

Les valeurs trouvées pour $Q^* = 1,8$ eV et $m^* = 2,3$ permettent de préciser le mécanisme de déformation de la phase riche en aluminium. Cependant, il est difficile de préciser le mécanisme de restauration, qui semble contrôler la vitesse pour les faibles températures. La phase globulaire riche en silicium ne se déforme pas.

Nous avons mis en évidence, à l'aide d'essais de relaxation, l'existence d'un seuil d'écoulement non négligeable que l'on a montré être identique à la contrainte interne s'opposant au glissement.

Pour le laiton β, la contrainte interne présente une discontinuité pour la température de transition qui correspond à la différence de nature des dislocations entre les phases ordonnée et désordonnée.

- Dans la phase désordonnée σ_i est indépendant de σ et T donc $Q = Q^*$ et $m \neq m^*$. Au regard de ces valeurs, la vitesse de fluage, dans la séquence glissement-montée, est contrôlée par le glissement visqueux des dislocations en volume pour $\sigma^* > 0,5$ kg/mm^2 et par ce même phénomène mais au voisinage des joints de grains pour les contraintes plus faibles, lorsque les sous-joints atteignent la dimension des grains (ceci se retrouve sur de nombreuses phases β).

- Au-dessous de la transformation, une étude expérimentale beaucoup plus approfondie doit être faite, mais on peut dire que la déformation est contrôlée par la montée des superdislocations (le glissement existant de toutes façons).

L'équation phénoménologique de l'écoulement stationnaire des matériaux lors du fluage à haute température doit donc tenir compte de la contrainte interne σ_i et se mettre sous la forme :

$$\varepsilon^{\circ}_{S} = \varepsilon^{\circ\prime}_{o} \left[\sigma - \sigma_i(T, t)\right]^{m^*} \exp - \left(\frac{Q^*(\sigma^*)}{kT}\right)$$

du moins pour les faibles et moyennes contraintes. En effet σ_i est un terme de structure qui peut dépendre de la température et du temps lors de mécanismes de vieillissement. De plus le terme $\frac{\sigma_i}{\sigma}$ peut devenir très important, en général pour les faibles contraintes, et l'équation précédente s'écarte d'autant plus de l'équation classique $\varepsilon^{\circ}_{S} = \varepsilon^{\circ}_{o}\, \sigma^{m} \exp - \frac{Q(\sigma,T)}{kT}$, qui s'avère erronée.

BIBLIOGRAPHIE

* : ouvrages généraux

* [1] F. GAROFALO ; Déformation et rupture par fluage (1970) Dunod

* [2] J. BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT, J. TALBOT ; Métallurgie Générale (1969) Masson

[3] O. SHERBY, P. BURKE ; "Mechanical Behaviour of Crystalline Solids at Elevated Temperature" vol. 13 n° 7 (1967) Pergamon-Press

[4] G. B. GIBBS ; "A General Dislocation Model for High-Temperature Creep" Phil. Mag. GB (1971) n° 184 Tome 23 -771-780

[5] W. G. JOHNSTON, J. J. GILMAN ; "Dislocation Velocities, Dislocation Densities, and Plastic Flow in Lithium Fluoride Crystals" ; J. Appl. Phys. (1959) vol. 30 n° 2 129-144

[6] G. LANGDON ; "Grain Boundary Sliding as a Deformation Mechanism during Creep" ; Phil. Mag. GB (1970) tome 22 n° 178-689-700

[7] H. W. HAYDEN, S. FLOREEN, D. GOODELL ; "The Deformation Mechanisms of Superplasticity" ; Métall. Trans. (1972) Vol. 3 833-842

[8] J. WEERTMAN : "Steady-State Creep through Dislocation Climb" ; Journ. Appl. Phys. (1957) vol 28 n° 3 362-364

[9] C. R. BARRETT, W. D. NIX ; "A Model for Steady State Creep Based on the Motion of Jogged Screw Dislocations" ; Acta. Metall. (1965) tome 13 1247-1258

[10] F. R. N. NABARRO ; "Steady State Diffusional Creep" ; Phil. Mag. (1967) tome 16 231-237

[11] J. WEERTMAN ; "Steady State Creep of Crystals" ; Journ. Appl. Phys. (1957) vol 28 n° 10 1185-1188

[12] A. SEEGER ; "On the Theory of the Low-Temperature Internal Friction Peak Observed in Metals" ; Phil. Mag. (1956), tome 1 651-662

[13] M. J. LUTON, J. J. JONAS ; "A Model for high Temperature Deformation Based on Dislocation Dynamics, Rate Theory and a Periodic Internal Stress" ; Acta. Metall. (1970) tome 18 511-517

[14] M. J. LUTON, J. J. JONAS ; "The Relation Between Theoritical and Experimental Activation Areas in High Temperature Deformation" ; Phil. Mag. (1970) tome 21 1283-1289

[15] J. P. HIRTH, W. NIX ; "An Analysis of the Thermodynamics of Dislocation Glide" ; Phys. Stat. Sol. (1969) tome 35 177-188

[16] R. LAGNEBORG ; "A Modified Recovery-Creep Model and its Evaluation" Metal. Sci. Journ. (1972) tome 07 127-133

[17] C. N. AHLQUIST, R. GASCA-NERI, W. D. NIX ; "A Phenomenological Theory of Steady State Creep Based on Average Internal and Effective Stress" Acta. Metall (1970) tome 18 663-671

[18] A. A. SOLOMON, W. D. NIX ; "Interpretation of High Temperature Plastic Deformation in Terms of Mesured Effective Stress" ; Acta. Metall. (1970) tome 18 863-876

[19] M. PAHUTOVA, T. HOSTINSKY, J. CADEK ; "Dynamics of Dislocations in High Temperature Creep of an Fe 3,5 % Si Alloy" ; Acta. Metall. (1972) tome 20 693-702

[20] M. PAHUTOVA, J. CADEK ; "Interpretation of High Temperature Creep in Zr_{α} in Terms of Effective Stress and Dislocation Dynamics" ; Mat. Sci. Eng. (1973) tome 11 151-162

[21] I. SAXL, F. KROUPA ; "Relations Between the Experimental Parameters Describing the Steady-State and Transcient Creep" ; Phys. Stat. Sol. (1972) tome 11 167-173

[22] C. N. AHLQUIST, W. D. NIX ; "The Measurement of Internal Stresses during Creep of Al and Al. Mg Alloys" ; Acta. Metall. (1971) tome 19 373-385

[23] R. GASCA-NERI, C. R. BARRETT, W. D. NIX ; "A Note on the Recovery-Work Hardening Theory of Creep" ; Scripta Metall. (1971) tome 5 733-739

[24] A. ORLOVA, Z. TOBOLOVA, J. CADEK ; "Internal Stress and Dislocation Structure of Aluminium in High Temperature Creep" ; Phil. Mag. (1972) tome 26 n° 6 1263-1274

[25] D. LEE ; "The Nature of Superplastic Deformation in the Mg-Al Eutectic" Acta. Metall. (1969) vol. 17 1057-1069

[26] G. J. DAVIES, J. W. EDINGTON, C. P. CUTLER, K. A. PADMANABHAN ; "Superplasticity : A review" ; Journ. Mat. Scien. (1970) tome 5 1091-1102

[27] E. W. HAPT ; "Theory of the Tensile Test" ; Acta. Metall. (1967) tome 15 351-355

[28] P. VIOLAN ; "Critère de stabilité de la déformation plastique en traction des métaux cubiques centrés" ; Scripta. Metall. (1972) tome 6 1175-1183

[29] R. C. GIFKINS ; "Superplasticity, Creep and Grain-Boundary Sliding" ; Scripta. Metall. (1973) vol 7 27-34

[30] C. N. AHLQUIST, R. A. MENEZES ; "Grain Boundary Sliding and the Observation of Superplasticity in Pure Metals" ; Mat. Scien. Eng. (1971) tome 7 223-224

[31] B. BURTON ; "A"Creep Yield Stress" For Superplastic Deformation" ; Scripta. Metall (1971) tome 5 669-672

[32] A. U. KARIM ; "On the Nature of Superplastic Deformation in the Mg.Al Eutectic" ; scripta. Metall (1969) tome 3 887-892

* [33] B. PERSOZ ; "Introduction à l'étude de la Rhéologie" (1960) Dunod

[34] A. MERMET-GRANDFILLE " Contribution à l'étude des propriétés mécaniques du laiton "β " aux températures élevées" ; Thèse Faculté des Sicences de Besançon (1973) n° 182

[35] P. DRUOT ; "Etude de quelques propriétés mécaniques à chaud des laitons β, (α+β) et (β+γ)" ; Thèse Faculté des Sciences de Besançon (1974) n° 196

[36] A. A. PRESNYAKOV, G. V. STARIKOVA ; (traduction) "Conditions for the Occurence of Superplasticity in Cast Eutectics" IZ VEST.A.Kad. Nauk SSSR n° 1 (1959) 75-77

[37] ERWIN E. UNDERWOOD ; "A Review of Superplasticity" ; Journ. Metals (1962) Décembre 914-919

[38] "L'Aluminium" Péchiney Tome 1 (1964) Editions Eyrolles.

[39] A. HELAFWELL ; "The Growth and Structure of Eutectics with Silicon and Germanium" ; Progress in Materiels Science, (1970) n°1 vol 15

[40] L. F. POWELL, G. A. COLLIGAN ; "Silicon Morphology in Sodium Modified AL+Si Eutectic Alloys" Mat. Res. Bull (1970) Vol 5 431-436

* [41] J. FRIEDEL ; "Dislocations" Pergamon Press (1964) 316-317

[42] R. G. STANG, W. D. NIX et C. R. BARRETT ; "High Temperature Creep in Fe 3 % Si" Metall. Trans. USA (1973) tome 4 1695-1699

* [43] G. CHAMPIER, G. SAADA ; "Déformation Plastique des métaux et alliages" (1968) Masson 67-79

* [44] VAN BUEREN ; "Imperfections in Crystals" (1961) 612-645

[45] C. N. AHLQUIST et W. D. NIX ; "A Technique for Measuring Mean Internal Stress During High Temperature Creep" ; Scripta Metall (1969) vol 3 679-682

[46] A. A. SOLOMON ; "New Techniques and Apparatus For Examining the Elevated Temperature Deformation of Metals" ; Review of Scien. Instr. (1969) vol 40 1025-1028

[47] K. KUCHAROVA, I. SAXL, J. CADEK ; "Effective Stress in Steady State Creep in an Al. 5,5 % Mg Solid Solution" Acta Metall. (1974) Vol 22 April 465-472

[48] H. OIKAWA, J. KARIYA; S. KARASHIMA ; "Some Activation Parameters in Steady State Creep of Al. Mg Alloys at High Temperatures" Metal. Sci. Journ. (1974) Vol 8 106-111

[49] H. OIKAWA, S. KARASHIMA ; "On the Stress Exponent and the Rate-Controlling Mechanism of High-Temperature Creep in some Solid Solutions" ; Metal Trans. (1974) vol 5, May 1179-1182

[50] L. J. CUDDY, J. C. RALEY ; "The Effect of Internal Stress on the Activation Parameters for Creep of Fe-Ni Alloys" ; Acta. Metall (1973) vol 21 April 427-433

[51] A. ORLOVA, J. CADEK ; "Dislocation Structure in High Temperature Creep of an Al 5,5 % Mg Solid Solution" ; Z. Metall de Bd 65 (1974) H. 3.

[52] Handbook of Chemistry and Physics (44th edition)

[53] M. PAHUTOVA, K. KUCHAROVA, J. CADEK ; "On the Determination of the Effective Stress Dependence of High Temperature Creep Rate at Constant Internal Stress and Constant Temperature" ; Phys. Stat. Sol. (1971) (a) 6, K 33

[54] D. VARCHON "Contribution à l'étude des propriétés mécaniques de l'eutectoïde Al Zn" Thèse Besançon 1974

[55] J. HEDWORTH , M. J. STOWELL ; "The Measurements of Strain-Rate Sensivity in Superplastic alloys" Mat. Sci. Journ. (1971) 6 1061-1069

[56] A. A. PRESNYAKOV, G. V. STARIKOVA ; "The Anomaly in the Ductility of Two-phases Brasses" Fiz. Metal. i. Metalloved, 12 (6) (1961) 873

* [57] J. HIRTH, J. LOTHE ; . "Theory of Dislocations" (1968) Mc GRAW HILL p 363 371 p110

[58] N. BROWN ; "The Yield Point of a Super-Lattice" 1959. Phil. Mag, 4, 693-704

[59] J. C. FISCHER ; "On the Strength of Solid Solution Alloys" Acta. Metall. 1954 2, 9-10

[60] M. HERMAN, N. BROWN ; "Influence of Order-Disorder on Creep of Beta Brass") Trans. AIME (1956) vol 206 604-606

[61] A. GITTINS RC GIFKINS ; The Influence of Crystallographic Order on the Creep of β Brass" Acta. Metall. (1968) n° 1 tome 16 81 87

[62] N. BROWN, R. LENTON ; "Creep of Beta Brass in the Vicinity of Tc" Acta. Metall (1969) n° 5 tome 17 669-675

[63] B. KUPER, D. LAZARUS, R. MANNING, T. TOMIZUKA ; "Diffusion in Ordered and Desordered Copper-Zinc" (1956) Physical Review (1956) vol 104 n° 6 1536-1541

[64] W. ARDLEY, A. H. COTTRELL ; "Yield Point in Brass Crystals " Proc. roy. soc. (1953) 219, 328-340